

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUIMICA**

**OPTIMIZACION DEL PROCESO DE EXTRACCION DE  
PECTINA A PARTIR DE CORTEZA SECA DE LIMON**

**LUIS GUILLERMO ALCALA VILLARREAL**  
**GUILLERMO CARLOS SOSA AINSLIE**

**QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO**

**1 9 8 0**

M-21621



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Presidente, Prof. ENRIQUE GARCIA GALEANO \_\_\_\_\_

Vocal " GILBERTO VILLELA TELLEZ \_\_\_\_\_

Secretario " EMILIO BARRAGAN HERNANDEZ \_\_\_\_\_

1o. Suplente " FEDERICO GALDEANO BIENZOBAS \_\_\_\_\_

2o. Suplente " WENSCESLAO FUENTES SOLIS \_\_\_\_\_

Sitio donde se desarrolló el tema: LABORATORIO 201, EDIF. "B", FA -  
CULTAD DE QUIMICA.

Sustentantes LUIS GUILLERMO ALCALA VILLARREAL  
GUILLERMO CARLOS SOSA AINSLIE

Asesor del Tema ENRIQUE GARCIA GALEANO \_\_\_\_\_

A MIS PADRES:

Por el gran apoyo y cariño que  
siempre me han brindado.

A MIS HERMANOS:

Porque nunca han dejado decaer  
mis esfuerzos en la obtención  
de mis metas.

LUIS GUILLERMO.

A MI NOVIA,

LUIS GUILLERMO

A MIS PADRES:

A las dos personas que mas quiero ;  
a los cuales les debo todo lo que  
soy, a ellos como un homenaje muy  
especial por todo el amor, respeto  
y cariño que les profesa su hijo  
que los adora con todo su corazón

A MIS HERMANOS:

Rosalba, Marilú, Julio Daniel y  
Roberto. Por todo lo bueno que  
siempre he recibido de ellos,  
diciéndoles hoy como siempre el  
gran amor y gran admiración que  
siento por ellos.

De su hijo y hermano:

GUILLERMO CARLOS.

A GUADALUPE

GUILLERMO CARLOS

A NUESTROS PROFESORES:

Por todo sus esfuerzos  
y todo su tiempo dedica-  
dos a nuestro aprender

A NUESTROS AMIGOS:

Porque siempre han p̄esto y  
brindado lo mejor de ellos  
para alentarnos y apoyarnos  
en todo momento.

GUILLERMO CARLOS, LUIS GUILLERMO,



## I N D I C E

	Pág.
I.- INTRODUCCION	
1.1 Justificación	1
1.2 Objetivos	2
II.- GENERALIDADES	
2.1 El Limón	5
2.2 Regiones de cultivo	6
2.3 Análisis Físico y Químico del Fruto	9
2.4 Principales Plagas del Limón	12
2.5 Industrialización del Limón	12
2.6 Diagramas de Bloques	18
2.7 Posibilidades de Industrialización del Limón	22
III.- SUBSTANCIAS PECTICAS	
3.1 Historia	24
3.2 Nomenclatura	26
3.3 Fuentes naturales para la extracción de pectina	28
3.4 Composición Química	30
3.5 Propiedades Fisicoquímicas de las pectinas	35
3.6 Pectinas de bajo ester o bajo índice de metoxilos	39

#### IV.- ESTUDIOS DE PROCESOS

4.1 Tecnologías existentes	41
4.2 Pectina de manzana	42
4.3 Pectinas de remolacha	48
4.4 Pectina a partir de cítricos	50
4.5 Pectina como pectato cálcico	55
4.6 Pectina de tejocote	56
4.7 Obtención de pectinas con otros solventes	57

#### V.- PARTE EXPERIMENTAL

5.1 Introducción	58
5.2 Metodología en el laboratorio	59
5.3 Material y métodos analíticos efectuados	63
5.4 Otras determinaciones	70
5.5 Diagrama de bloques seguido en el laboratorio	73

#### VI.- ESTUDIO DE INGENIERIA

6.1 Objetivo	74
6.2 Introducción	75
6.3 Descripción del proceso	79
6.4 Descripción del equipo	84

VII.- APLICACIONES INDUSTRIALES	
7.1 Usos Generales	95
7.2 Utilización del producto y del subproducto	98
VIII,- RESULTADOS	101
CONCLUSIONES	126
BIBLIOGRAFIA	131

# C A P I T U L O I

## I N T R O D U C C I O N

### 1.1 JUSTIFICACION

El objetivo de realizar este trabajo es el de mejorar una tecnología ya existente, para el aprovechamiento completo del fruto del limón industrialmente.

Puesto que en México las condiciones climatológicas necesarias para el cultivo del limón se tienen en ciertas regiones es muy importante el aprovechamiento de este fruto para su uso tanto alimenticio como industrial. El consumo de este fruto por parte de los habitantes es relativamente alto, pero su consumo por parte de los industriales es bajo en comparación con otros países

Considerando que el limón es una fuente de diversos productos tales como aceite esencial, jugo concentrado ácido cítrico y pectina es razonable darle una importancia tal que merezca una proyección

comercial basándose en una industrialización completa, así como la creación de una tecnología mexicana para su íntegro aprovechamiento.

Los objetivos de este presente trabajo de investigación, se encuentran canalizados a resolver en parte el problema de mejora\_\_\_ miento de tecnología , así como la proyección comrcial de la pec\_\_\_ tina.

## 1.2 OBJETIVOS.

Los objetivos se resumen en la siguiente lista.

1. Encontrar las condiciones óptimas para la extracción de .. pectina partiendo del subproducto de la industrialización completa del limón llamada "cáscara del limón".
- 2. Buscar un método de control de calidad para esta cáscara.
- 3. Comparación de dos tipos de secado de cáscara para determi\_\_\_ nar cual de los dos afecta menos a la pectina existente -- dentro de la misma.
4. Comparación de la pectina extraída de los dos tipos de cásc... ara de acuerdo a pruebas químicas.
5. Utilización de la pectina obtenida en algún producto alimen\_\_\_ ticio.
6. Utilización de los subproductos de la extracción para la ... elaboración de alimento para ganado o para fertilizantes.

En la industrialización del limón, se obtienen actualmente los productos, jugo y aceite, así como subproductos tales como corteza seca del limón y otros.

Dentro de esta última categoría tenemos a la cáscara de limón, que es obtenida directamente después de la extracción del aceite esencial y jugo concentrado, constituida por cortezas, pieles carpelares y semillas. (29).

Esta cáscara secada por dos diferentes métodos, se utiliza actualmente como fertilizante, alimento para ganado y una pequeña fracción para la extracción de pectina.

Este trabajo se justifica en el hecho de que actualmente las industrias transformadoras de limón no tienen un método de control de calidad de dicha cáscara, dificultando su comercialización.

Debido a que existen en el mercado dos diferentes grados de calidad de cáscara de limón, se observa que la mayor parte de este subproducto es utilizado para la alimentación animal y fertilizantes. Esta cáscara contiene una elevada proporción de pectina en su composición; reportándose en la literatura hasta un 38% (30), por lo cual dicha cáscara se clasifica dentro de los productos que contienen pectina en mayor proporción. La manzana, el tejocote, la cáscara de naranja y la cáscara de lima, se encuentran dentro de los productos que contienen pectina en cantidad apropiada para su extracción, pues respectivamente contienen un máximo reportado en la literatura de 16%, 19.5%, 44%, 35%. (26),(19),(22).

Dentro de las ventajas que se tienen en utilizar la cáscara de cítricos en la obtención de pectina es que se hace un uso adecuado del subproducto de la industrialización de estos, ya que por ejemplo el tejocote es un fruto apropiado para la extracción de pectina, pero

no es generalmente utilizado por la necesidad del uso del fruto completo, durante el proceso de extracción. (29)

La utilización de la cáscara de limón para la extracción de pectina permite un aprovechamiento íntegro de este fruto, lograndose en consecuencia:

1. Estimular el consumo, cultivo y cosecha del limón.
2. Favorecer la industrialización del limón.
3. Generación de fuentes de trabajo.
4. Dar una nueva proyección industrial a la cáscara de limón.
5. Sustitución de la importación de pectina. ⇒ Sustitución

## C A P I T U L O II .

### G E N E R A L I D A D E S .

#### 2 1 EL LIMON.

El limón es el fruto del limonero; que es un árbol de la familia de las Rutaceas, que son árboles o arbustos, raramente suelen ser -- yerbas con aromas semejantes o diferentes; generalmente cubiertos de hojas dotadas de glándulas traslúcidas conteniendo aceite esencial, - sus flores están constituidas por cuatro o cinco sépalos y a veces -- sinellos; cuatro a cinco pétalos hipogineos o perigineos; el número de estambres igual o el doble del número de pétalos, separados o uni \_\_ dos o insertados en el receptáculo que forma el ovario, anteras bilo \_\_ baladas, abiertas a lo largo de las caras internas de los lóbulos, -- generalmente versátiles. dos a cinco pistilos o a veces, uno compues \_\_ to de dos a cinco o más carpelos insertados en un receptáculo más o



menos alargado (ovario); el fruto en capsula, baya drupa o samara; con semillas oblongas o arrañonadas; embrión recto o encorvado; endospermo carnosos, algunas veces ausente; cotiledones carnosos o foliáceos.

Son plantas casi en su totalidad nativas de zonas tropicales y subtropicales y ampliamente distribuidas en el viejo mundo,

Esta familia está distribuida en el ámbito tropical, en el Asia Meridional y en Australia; según Hooker en su flora de la India de 1875, hay 23 géneros y 78 especies nativas de este lugar .

Tres son los principales géneros estudiados hasta ahora:

PONCIRUS, FORTUNELLA Y CITRUS.

Poncirus .-- Está caracterizado por tener hojas caducas compuestas de tres lóbulos.

Fortunella.-- Se caracteriza por tener generalmente hojas simples y persistentes, ovario con tres, cinco o seis celdas o lóbulos.

Citrus.--- Está caracterizado por tener hojas simples y persistentes; ovario con ocho o más celdas o lóbulos.

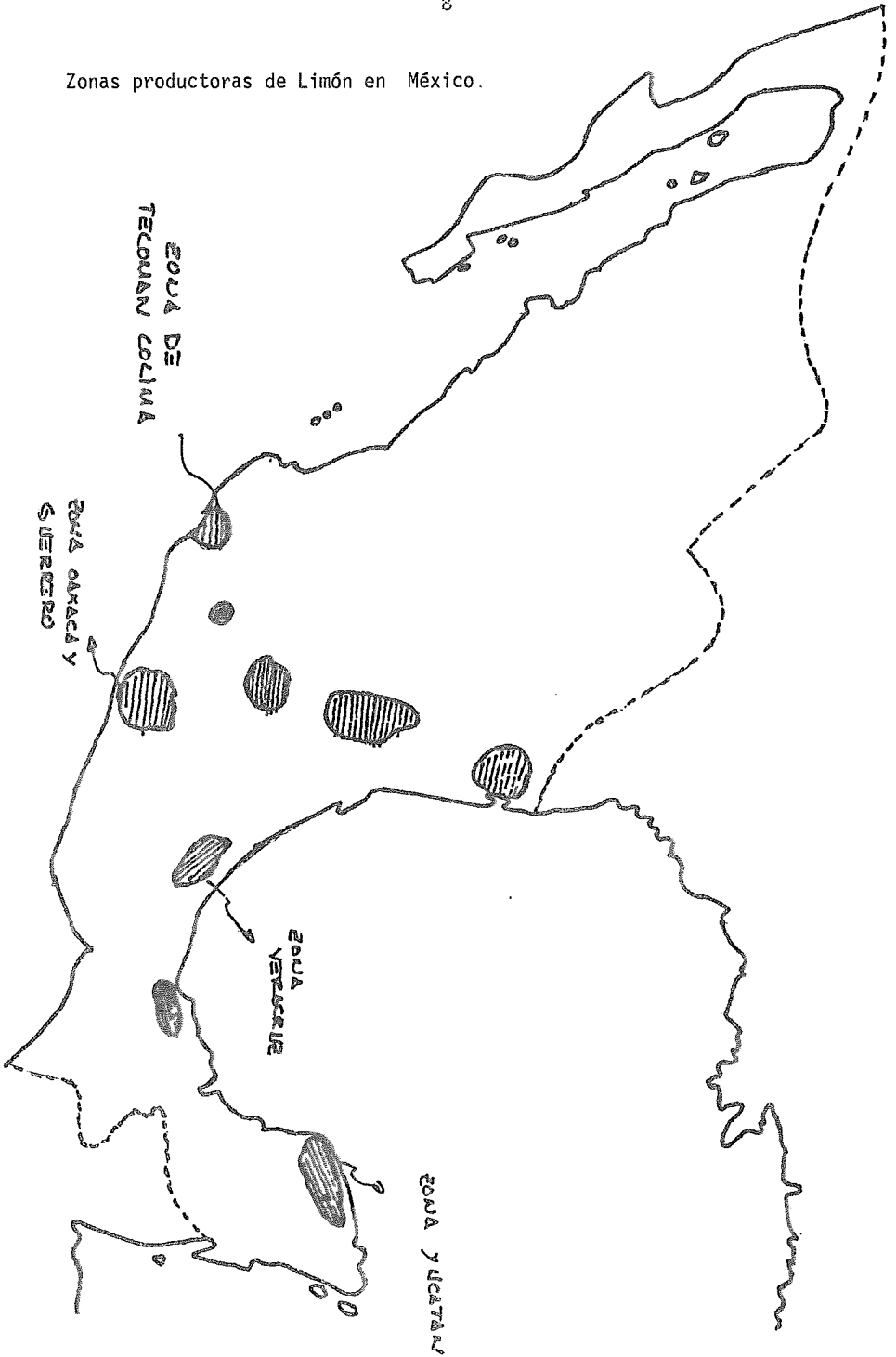
Las variedades del limón son: Eureka, Génova, Lisboa, Otahite, Everhearing, Ponderosa, Rugosa, Sicilia, Villafranca, Acme, Asiático, Agnes, Oliva, Royal Messina, Garcelon's Knobby, Baoutom, Corteza dulce, Milán, Chino, Siciliano, Lamb, Abigarrado, Biju, Napoleón, Agosto Premio de Beair, French, Serblinge, Francés Florida y Limón Francés de Semilla.

## 2.2 REGIONES DE CULTIVO.

En nuestro país se cultiva el limonero en los estados de Sinaloa

Nayarit, Oaxaca, Veracruz, Guerrero, Chiapas y en las Huastecas,--  
Los principales huertos comerciales se encuentran en las poblaciones  
de Colima, Coquimatlán, Cuauhtémoc, Tecomán y Manzanillo, del esta\_\_  
do de Colima; Huruapan, Apatzingán, Parácuaro y Coahuayana, en el -  
estado de Michoacán; Tampico, Villagrán, Llera y Xicoténcatl, en el -  
estado de Tamaulipas; La Unión, Totolapan, Iguala y Acapulco en el -  
estado de Guerrero; Cuautla, Tlaltizapan y Ticomán del estado de -  
Morelos; Tempacan, Tanquian, Escobedo, Ciudad Valles y Tamazunchale  
de San Luis Potosí. Cuya localización se encuentran señaladas en la  
figura 1.

Zonas productoras de Limón en México.



### 2.3 ANALISIS FISICOQUIMICO DEL FRUTO.

Al fruto del limonero se le hacen tanto analisis físicos como químicos según las siguientes tablas:

#### ANALISIS GENERALES DEL FRUTO

Peso

Fruto grande..... Fruto mediano ..... Fruto pequeño.. ...

Tamaño:

Fruto grande . ... Fruto mediano .....Fruto pequeño ....

a).- Eje menor

b).- Eje Mayor

c).- Diametro

Color

Apice

Base

Pezón

Cáscara

a).- Grosor

b).- Aspecto

Celdillas aceitíferas:

Analisis físico

Analisis químico

a).- Tamaño

b).- Aspecto

c).- Disposición

## Gajos:

## Análisis físico

- a).- Número
- b).- Aspecto
- c).- Disposición

## Análisis químico

## Pulpa:

- a).- Color
- b).- Grano
- c).- Aspecto
- d).- Jugo %

- a). Fibra cruda %

## Jugo:

- a).- Color
- b).- Olor
- c).- Sabor
- d). Densidad

- a). Agua %
- b).- Sólidos totales %
- c). Proteínas %
- d). Nitrógeno total %
- e).--Azúcares totales %
- f). Sacarosa %
- g). Acido cítrico %
- h). Acidez libre %
- i). Cenizas %

## Semillas:

- a).- Número
- b). Tamaño

- c). Forma
- d). Color
- e). Consistencia de los tegumentos.

#### Cáscara:

- |                         |                        |
|-------------------------|------------------------|
| a).- Olor               | a).- Aceite esencial % |
| b). Color               | b). Extracto total %   |
| c). Peso específico     | c). Cáscara %          |
| d). Poder rotatorio     |                        |
| e). Punto de fusión     |                        |
| f). Punto de ebullición |                        |
| g).- Solubilidad.       |                        |

#### CENIZAS:

- a).  $K_2O$
- b).-  $Na_2O$
- c).-  $CaO$
- d).-  $MgO$
- e).-  $Fe_2O_3$
- f).-  $Al_2O_3$
- g).-  $P_2O_3$
- h).-  $SO_3$
- i).  $SiO_2$
- j).-  $Cl$
- k).-  $Mn_3O_4$

#### 2.4 PRINCIPALES PLAGAS DEL LIMON.

En las zonas de cultivo de nuestro País de limón el fruto es atacado por diversas plagas, entre las cuales y más comunes se encuentran:

*Phyllocoptes oleivorus*, *Tetranychus telarus*, *Icerya purchasi*, *Orthezia insignis*, *Pseudococcus citri*, *Coccus hesperidum*, *Coccus pseudomagnolarium*, *Saissetia hemisphaerica*, *Saissetia oleae*, *Lepidosaphes beckii*, *Chrysophalus aurantii*, *Chrysophalus aonidum*, *Aleurocanthus wogumi*, *Papilio cresphontes*, *Papilio alopis*, Trips de los citrus, Chiva de los citrus, Pulgón negro de los citrus, Mosca de la fruta, *Dendrobius mandibularis*, *Eanthispallida*, *Conotrachelus* sp., *Leptoglossus zonatus*, *Myelois veniparis*, *Murgantia munda*, *Acanthocephala granulosa*, *Chlorochroa (pentatoma) ligata*, *Aconophora* sp., Comejenes, Chapulines, Hormiga arriera.

#### 2.5 INDUSTRIALIZACION DEL LIMON.

Los limones se cultivan en la actualidad en gran escala, tanto para su consumo directo como para su aprovechamiento industrial. Existen en México verdaderas organizaciones dedicadas al estímulo de su cultivo, por tratarse de un fruto de gran importancia para la industria. Dentro de estas organizaciones tenemos al Fideicomiso del Limón, y a la Unión Nacional de Productores de Aceite de Limón, cuyos estudios acerca de este cítrico estimulan el cultivo y la industrialización del mismo.

En general, el cultivo del limonero es más laborioso por la delicadeza en las estructuras vegetativas, así como en sus frutos.

Las plantas del limón son especialmente sensibles a los cambios atmosféricos, no tolerando el viento fuerte y seco, las lluvias fuertes o fuera de estación, y son especialmente sensibles al frío y al granizo.

El cultivo del limonero requiere un clima especial, templado sin mucho viento. Este clima se localiza en México en diferentes zonas, -- entre las que destaca la región de Tecomán, Colima. Esta región por -- su clima y po su ubicación permite ser una de las zonas de mayor pro -- ducción de limones en México. Asimismo, esta región cuenta con las .. mayores industrias transformadoras de limón, por lo que ha obtenido un próspero desarrollo. El resto de las zonas productoras de limón -- en México, se encuentran en Yucatán, Tabasco, Veracruz, Tamaulipas, -- siendo generalmente localizadas en las áreas cercanas al Golfo de -- México.

En la zona de Tecomán Colima, la industrialización del limón es grande, obteniéndose como producto aceite esencial de limón, jugo --- concentrado de limón, ácido cítrico, cáscara de limón, y pectina cí -- trica. Estos productos son consumidos a nivel nacional exportándose excedentes por medios marítimos en el puerto de Manzanillo .

Respecto a la alimentación humana, el limón constituye un alimen -- to refrescante excelente, utilizándole en la preparación de diferen -- tes alimentos tales como, confituras, dulces, nieves, etc.

En la industria, tiene especial aplicación sus derivados, entre los que destaca el aceite esencial, extraído de la corteza y formado en su mayor parte por limoneno; el que encuentra aplicación en la --- elaboración de perfumes, confituras , eupéctico, así como en la ela -- boración de licores. Así mismo, del jugo concentrado de limón y de ---



frutos de calidad inferior se obtiene ácido cítrico.

El aceite de limón es extraído por dos diferentes métodos ya sea por destilación por arrastre de vapor o por extracción a base de raspar la corteza y centrifugar el raspado. Este último método es más adecuado para la extracción de aceite, pues tiene la ventaja de no perder ningún componente no volátil considerándose en el mercado como de mayor calidad.

Como subproducto en la industrialización del limón se obtiene la "Cáscara de Limón". Este subproducto está constituido por cortezas, pieles carpelares y semillas, el que actualmente es utilizado para la fabricación de confituras, pastas, bebidas aromatizantes, pero la mayoría de las veces su uso es para alimentación animal o como fertilizante.

Esta cáscara representa solo el 35% de la fruta fresca, dependiendo de la variedad puede tener un rango más alto. Una misma variedad puede contener mayor cantidad de cáscara dependiendo de la estación y la época de cosecha.

Esta cáscara de limón, constituye por sus características un material idóneo para la obtención de pectina. La que puede llevarse a cabo por dos métodos en base a la corteza:

- 1.- Como corteza fresca.

- 2.- Como corteza seca.

La primera de estas líneas de producción de pectina tiene como inconveniente la rápida alteración que sufre la cáscara por acción de las enzimas que contiene, así como la alteración por oxidación de sus componentes. Este método debe seguir el ritmo de producción de la industrialización del limón.

La otra línea de producción consta básicamente en una inactivación enzimática y posterior secado de la cáscara hasta una humedad de 12% máxima. Esta cáscara seca suele prepararla la misma industria cítrica, teniendo como ventaja la estabilización de la cáscara, lo que permite un almacenamiento por un tiempo más largo lo que da lugar a una mejor comercialización de la misma. Esta cáscara seca suele comercializarse para la obtención de pectinas o para la elaboración de diversos productos en los que la pectina es un componente esencial.

La corteza seca o cáscara seca se obtiene por un proceso basado en calentar la cáscara con agua, logrando con esto una inactivación de las enzimas, lavar y escurrir varias veces con el fin de eliminar todas las sustancias solubles presentes, tales como azúcares, y finalmente eliminar el agua por prensado y secarlas por dos diferentes métodos.

La corteza seca o cáscara seca, es utilizada para la extracción de pectina. Esta cáscara al momento de ser secada, puede seguir dos caminos:

1.- Trituración y secado.

2.- Secado

Estos dos tipos de secado se diferencian por la trituración de la cáscara para el primero de ellos, así como por el tiempo de secado que se aplica siendo de 2 minutos y de 1 hora respectivamente.

La cáscara secada por los dos diferentes métodos, varían en -- cuanto a la cantidad de la pectina que se obtiene de ella. Varían -- asimismo, en la cantidad de agua que contienen, pues el método de secado rápido da una cáscara de menor contenido de humedad. La cáscara con un contenido de humedad no superior al 14% y no inferior -- al 5% es un material idóneo para la fabricación de pectina.

En las muestras de corteza seca se hacen diferentes pruebas -- con el fin de determinar su uso y calidad. Las pruebas que se reali -- zarán para determinar la calidad de la cáscara son:

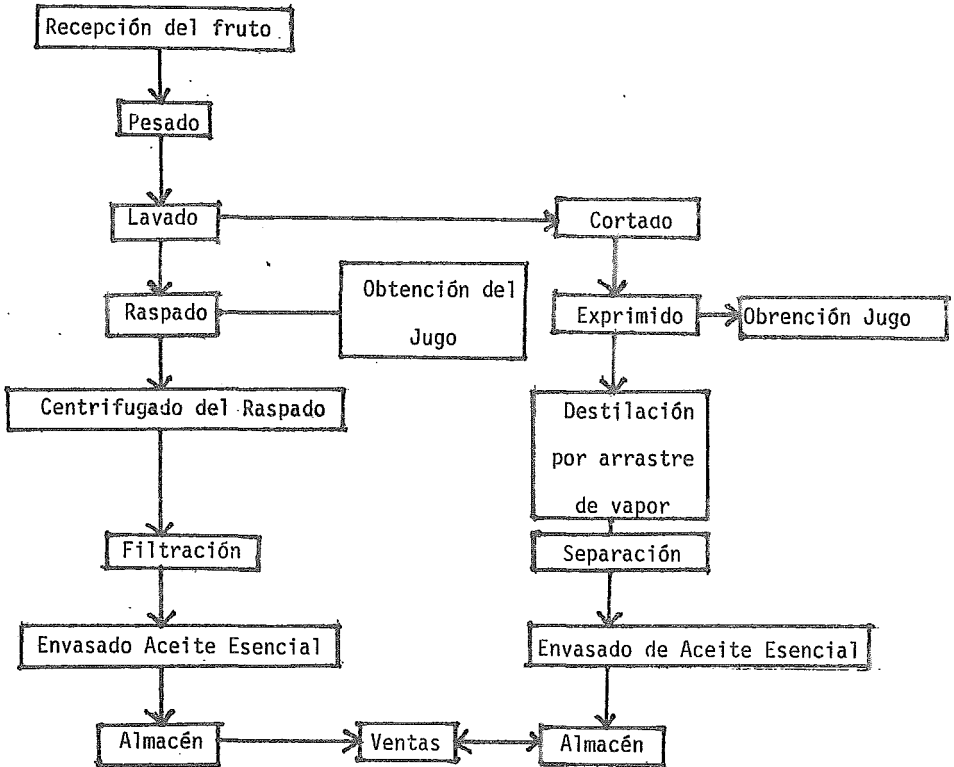
- 1.- Humedad.
- 2.- Porcentaje de cenizas.
- 3.- Porcentaje de grasa cruda (extracto etéreo).
- 4.- Porcentaje de fibra cruda.
- 5.- Porcentaje de proteína cruda.
- 6.- Porcentaje de pectina cruda.
- 7.- Porcentaje de ácidos expresado como Acido Cí -- trico.
- 8.- Porcentaje de carbohidratos.

Una vez extraída la pectina de la cáscara, se llevará a cabo la comparación de pectina, utilizándose para este propósito diversas pruebas químicas. Se consideran adecuadas para la determinación de la calidad de pectina las siguientes determinaciones:

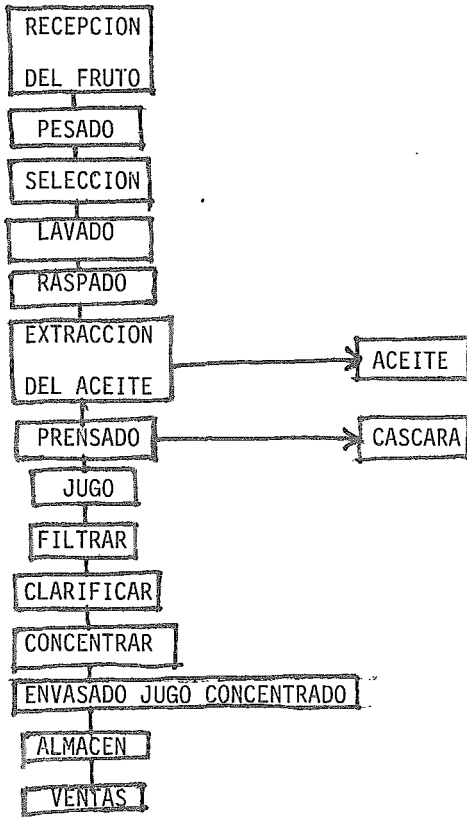
- 1.- Grado de gelificación.
- 2.- Proporción de ácido anhídrido galacturónico.
- 3.- Proporción de metoxilos.

Los métodos analíticos empleados se encuentran en el capítulo de Métodos y Materiales.

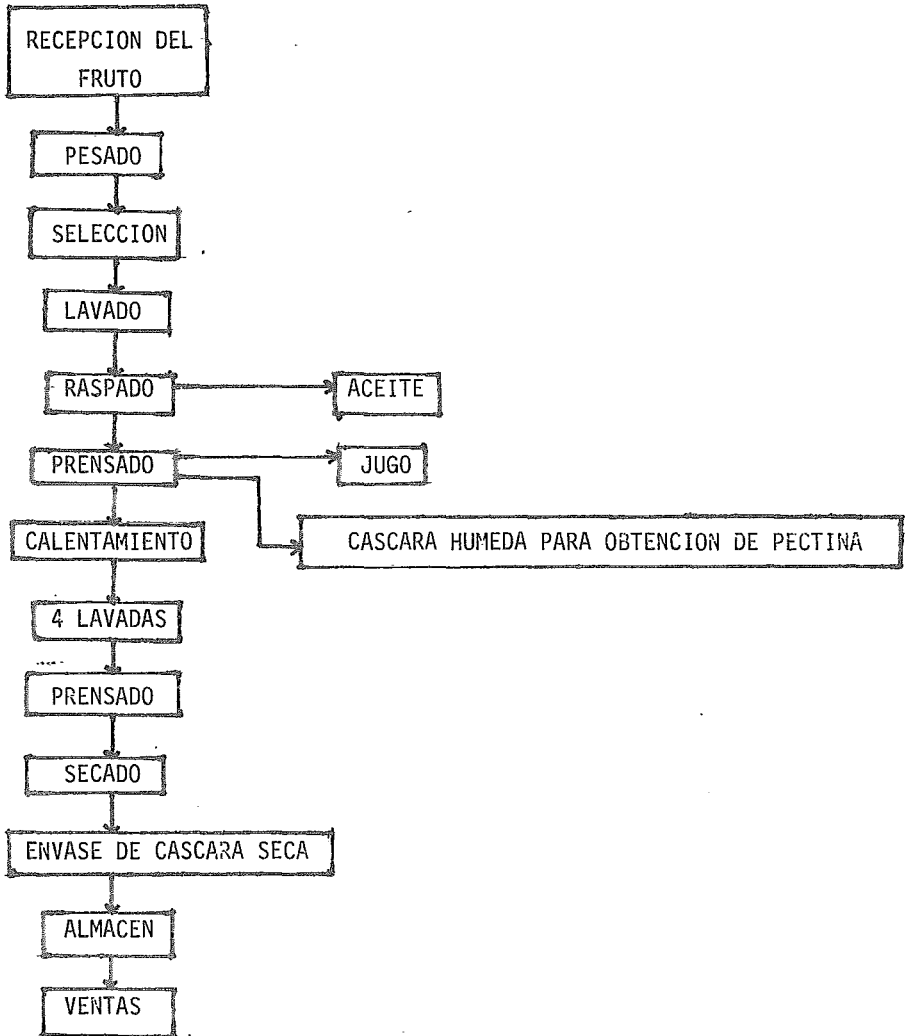
2.6 DIAGRAMA DE BLOQUES DE LA EXTRACCION DE ACEITE ESENCIAL DEL LIMON.



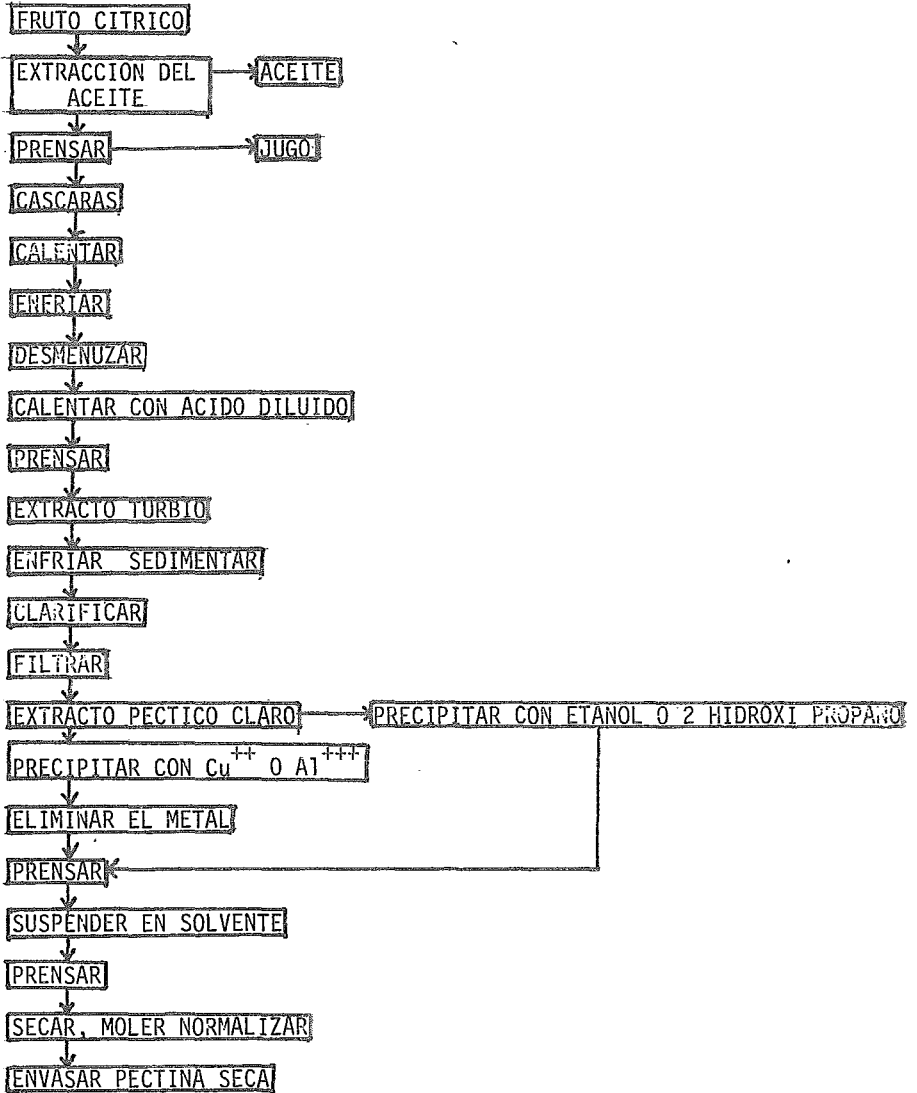
2.6.1 DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA OBTENCION DE JUGO DE LIMON CONCENTRADO.



2.6.2. DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA OBTENCION DE CASCARA SECA PARA LA OBTENCION DE PECTINA.



2.6.3. DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA OBTENCION DE PECTINA CITRICA PARTIENDO DEL FRUTO DEL LIMON.





## 2.7 POSIBILIDADES DE INDUSTRIALIZACION DEL LIMON.

Para poder determinar que posibilidad hay de industrializar al limón, en el país, se hacen necesario calcular el consumo probable - anual así deducir el remanente susceptible de utilizarse en la industria.

Desde luego, se puede decir que el limón como fruto no es figura de importancia en el régimen dietario de nuestro pueblo, y sólo se usa en forma más o menos regular en las ciudades o en los núcleos de población de cierta importancia.

Siendo la población urbana de 30,000,000 de habitantes, podemos suponer que no toda consume limón sino únicamente la mitad o sea --- 15,000,000 de personas; que cada una haga uso de medio fruto o sea -- 20 gr. diarios durante 120 días que son las que integran la época de mayor cosecha. Entonces sería 300,000 kgs. diarios, o lo que es lo mismo 36,000,000 kgs. durante los meses de junio, julio, agosto y -- septiembre, en que abunda el fruto, pues nos colocamos en una situación tan conservadora para el consumo que consentimos en que durante el resto del año no se consume el fruto producido en la cosecha de - invierno que es bastante inferior a la de verano.

El cálculo anterior arroja un consumo anual por habitante de -- 7.3 kgs. el cual puede considerarse bajo. Sin embargo, comparando y confrontando con los datos estadísticos sobre las cantidades del limón que entran periódicamente a las distintas ciudades de la república, resulta muy alto, por lo que es necesario estudiar de una manera

precisa en que consiste esta discrepancia.

Por lo que toca a la población rural o sea alrededor de - - - 41,400,000 habitantes, aunque se supone que el consumo es insignificante, se puede considerar que cada individuo consuma medio kilogramo al año, lo queda un consumo de 20,700,000 que sumados a los consumidos por la población urbana, da un total de 56,700,000 kilogramos.

Quizá resulte alto en cierto modo el consumo anual calculado, pero hemos de colocarnos en estas condiciones a fin de tener un cierto margen de seguridad en el abastecimiento industrial.

Por lo tanto, considerando que la producción aproximada para 1980 está calculada en 130,000,000 kilogramos. Tomando en cuenta el cálculo anterior, la población urbana consumirá el 43.61% quedando para la industria el 56.3%.

Tomando en cuenta los cálculos anteriores nos damos cuenta que es muy factible la industrialización del limón en nuestro país, ya que la cáscara del limón es el subproducto de la industrialización del limón, en la obtención de aceite esencial de limón, jugo concentrado del limón, ácido cítrico, citrato de calcio, etc.

## C A P I T U L O I I I

### S U S T A N C I A S P E C T I C A S

#### 3.1 H I S T O R I A

La sustancia que se había supuesto era la causa de que los jugos de frutas se convirtieran en jaleas, fue aislada por Braconnot - en 1824 (29), quien la denominó pectina. Esta sustancia compleja, cu ya composición química permitió identificarlas como hidratos de carbono, existían en la mayor parte de los frutos y también en algunas hortalizas, al hervirla con agua producía jaleas.

Las numerosas investigaciones realizadas en los cien años siguientes esclarecieron las propiedades de las sustancias pépticas, pero poco hicieron por aclarar su naturaleza química. En 1916 Ehrlich y Suárez dieron a conocer el aislamiento del ácido D-galacturónico - que en forma de polímero es el integrante principal de todas las pec tinas.

Las extensas investigaciones en el campo de las pectinas, dieron como resultado una gran confusión dentro de la nomenclatura de las mismas, por lo que entre los años de 1926 y 1927 un comité nombrado por la American Chemical Society trató de dar uniformidad a la nomenclatura de estas sustancias, a las cuales denominó "sustancias pécticas".

No obstante, debido al gran progreso que se registró dentro del período de tiempo comprendido entre los años 1927 y 1944, hizo necesaria una revisión de esta nomenclatura. Según esta revisión oficial, el concepto de sustancia péctica quedó definido de la siguiente forma:

Sustancia Péctica.- Se dá esta denominación a aquellos compuestos complejos derivados coloidales de los hidratos de carbono, que se hallan o pueden ser preparados a partir de las plantas y que contienen una gran proporción de unidades de ácido anhidro galacturónico unidas por enlace glucósido las cuales existen en combinación en forma de cadena. Los grupos carboxílicos del ácido pueden estar, en parte, esterificados con grupos metoxilo, y en parte, completamente neutralizados por una o más bases.

En 1974 The National Preservs Association notó la necesidad de buscar una norma de calidad de la pectina, así como un método rápido de identificación de su uso dentro de las industrias alimenticias. La intención de este comité fue la de determinar una norma de calidad basada en procesos o métodos usados dentro de las industrias.

En 1948 un grupo de personas interesadas en pectinas, se reunie

ron en Filadelfia con el objeto de discutir las normas de calidad ya impuestas. En la reunión anual del IFT (Institute of Food Technologist), éstas personas, por sugerencia del presidente del IFT, formaron un comité al que se denominó Comité de Estandarización de Pectina, cuya función fué la de estandarizar las normas de calidad de la pectina. Dicho comité quedó constituido por tres representantes de la industria de la fabricación de pectina, cuatro representantes de la industria consumidora de pectina y tres personas provenientes del gobierno. Este comité definió y estableció los métodos de estandarización para la calidad de la pectina, tomando como referencia una solución de azúcar que contenía 65% de sólidos solubles sacarificantes. En la manufactura actual de la pectina, se llevan a cabo algunas pruebas de control de calidad con base a las normas que dictó dicho comité.

A partir de esta fecha se ha incrementado grandemente los estudios acerca de la pectina, dilucidando sus propiedades y profundizando en su composición.

### 3.2 NOMENCLATURA

Dentro del grupo de las sustancias pécticas pueden estas asociarse dentro de los siguientes conceptos:

Protopectina

Acido Pectínico

## Pectina

### Acido Pécrico

siendo las definiciones oficiales que la nomenclatura marca para cada una de ellas las siguientes:

Protopectina.- Se aplica a todas las sustancias pécricas originales insolubles en agua. Se les encuentra en las plantas y por hidrólisis parcial producen como derivados Acidos Pécricos.

Acido Pectínico.- Se conoce con este nombre a aquellos ácidos poligalacturónicos coloidales que contienen una proporción no despreciable en sus grupos carboxílicos de esterificaciones con grupos metílicos. Estos ácidos en condiciones apropiadas son capaces de formar geles con soluciones de azúcar y ácido. Si el contenido de metóxilos es suficientemente bajo, es posible formar geles con ciertos iones metálicos. Las sales de estos ácidos pueden ser normales o ácidas y se les conoce como pectinatos.

Pectina.- Se les asigna a aquellas sustancias pécricas solubles en agua con un contenido variable de esteres metílicos (7-8%) que en condiciones apropiadas son capaces de formar geles con soluciones de azúcar y ácido, o con otros compuestos polihidroxiliados en condiciones de acidez adecuadas.

Acido Pécrico.- Son aquellas sustancias pécricas esencialmente compuestas por unidades de ácido anhidro galacturónico exentas de grupos metoxilos. A sus sales se les denomina pectatos, y generalmente son de calcio o magnesio.

Existe asimismo, una denominación de Pectinas Paucimetoxiladas, que son ácidos pectínicos con un contenido de 3 a 7% de metoxilos, - en contraste con la cantidad de 7-12% que contiene las pectinas usuales. En la actualidad han adquirido considerable importancia por las características que presentan. Esta pectina son capaces de formar geles en presencia de iones metálicos polivalentes.

En el lenguaje común, el vocablo pectina designa las pectinas - comerciales con sus impurezas, y las sustancias que se le añaden para mejorar las propiedades de estos materiales. La expresión soluble en agua no debe ser tomada en el sentido estricto de la palabra, --- puesto que las pectinas son incapaces de formar verdaderas soluciones con el agua.

### 3.3 FUENTES NATURALES PARA LA EXTRACCION DE PECTINA.

Las fuentes naturales más importantes de las sustancias pécticas son los frutos vegetales y algunas hortalizas. Como materias primas para la extracción de pectina, sólo tienen importancia a nivel - industrial el bagazo de las manzanas, las cáscaras de los frutos cítricos, y el henequén. Existen otras fuentes de pectina, pero no tienen importancia a nivel industrial. En México la industria ha seleccionado a la cáscara de limón para la extracción de dicha sustancia.

Las sustancias pécticas se hallan en frutos no maduros en forma de protopectinas, no sabiéndose el real origen de estas, pero se les asocia con el mecanismo de crecimiento de las células jóvenes. Se ---

les asocia asimismo, como una especie de cemento celular, que da consistencia y firmeza al fruto. No existen pruebas que esclarezcan el problema del origen y destino de las sustancias pécticas dentro de las plantas siendo últimamente poco estudiado este aspecto.

Las sustancias pécticas, se supone se derivan de la oxidación de las galactanas, y se ha propuesto que éstas se convierten en lignina.

Cuando los frutos verdes han alcanzado su máximo desarrollo, su contenido en protopectina es máximo, y a medida que madura esta se transforma en ácido péctico y alcohol metílico. Es posible seguir esta marcha de protopectina a pectina por la coloración que producen con el rojo de rutenio. (29)

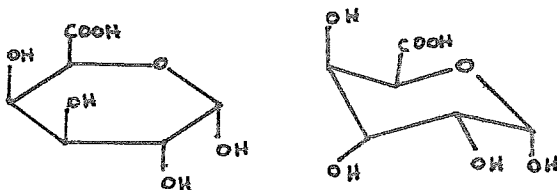


### 3.4 COMPOSICION QUIMICA

La composición de las sustancias pécticas es muy compleja, pero los análisis demuestran que se encuentran formados solamente por carbono, oxígeno e hidrógeno. La proporción de estos elementos es tal, que permite considerar a las sustancias pécticas como hidratos de -- carbono.

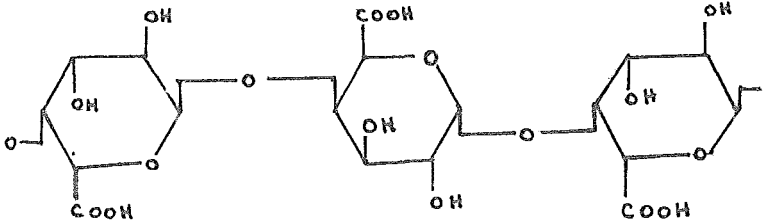
Entre las teorías concernientes a la estructura de las sustan-- cias pécticas debe citarse la del ácido tetragalacturónico propuesta por Ehrlich, (29), y la estructura cíclica compuesta por cuatro molé-- culas de ácido galacturónico con una molécula de arabinosa y galacto-- sa, propuesta por Nanji, Paton y Ling. Hacia 1938 se aceptó que to-- das las sustancias pécticas están compuestas por cadenas rectilíneas de ácido poligalacturónico unidos por enlace glucosídico 1, 4. La -- aplicación de los métodos de la química coloidal demostró que las -- unidades de ácido poligalacturónico son de grandes dimensiones aun-- que muy variables.

La unidad de la que están formados es el ácido galacturónico cu-- ya fórmula condensada es  $C_6H_{10}O_7$  y su fórmula desarrollada:

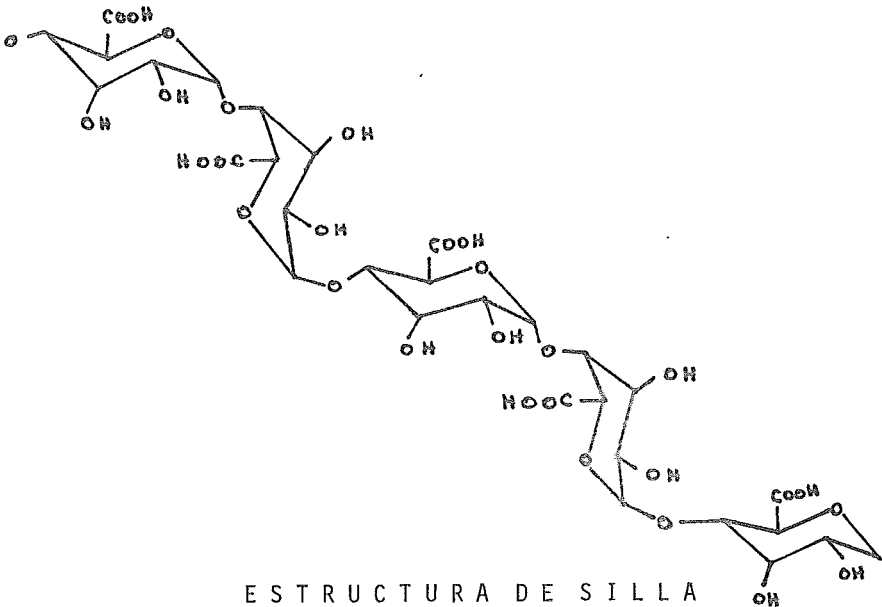


La unión de estos ácidos constituye la estructura base de las -  
sustancias pécticas, siendo su fórmula desarrollada:

FORMULA DESARROLLADA DEL ACIDO POLIGALACTURONICO



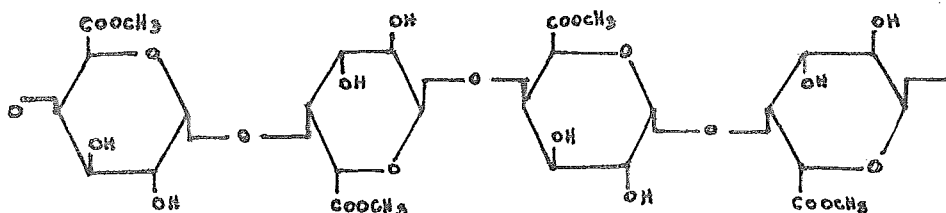
E S T R U C T U R A P L A N A



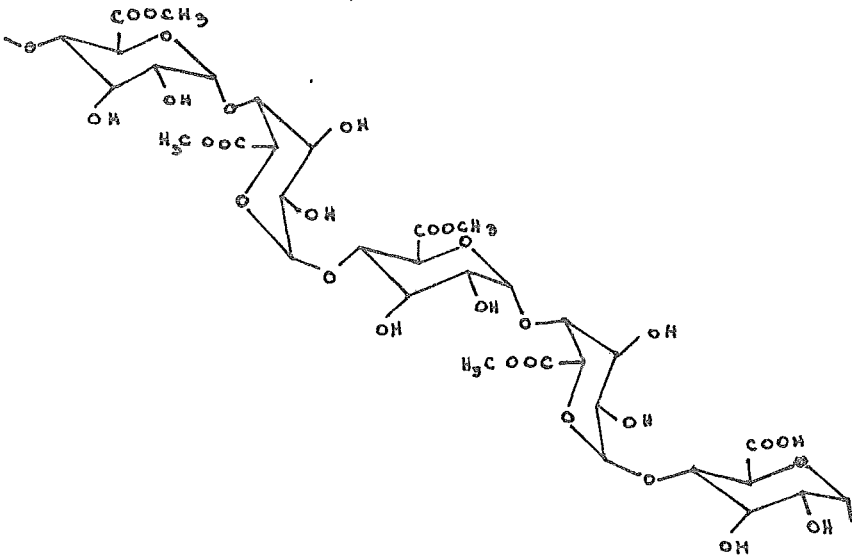
E S T R U C T U R A D E S I L L A

De las sustancias pécticas, las de composición más sencilla son los ácidos pécticos. Se les considera como polímeros lineales del ácido galacturónico, unidad que se repite varias veces. Estos se encuentran unidos por enlace glicosídico 1-4.

La composición química de los ácidos pectínicos puede representarse por una cadena más o menos larga, constituida por eslabones de ácido anhidro galacturónico, unidos por los carbonos 1-4 en enlace - glucosídico y en parte de sus grupos carboxílicos se encuentran unidos a grupos metóxilo. De una forma general, una parte de esta molécula se puede representar de la siguiente forma:



E S T R U C T U R A P L A N A



ESTRUCTURA DE SILLA

Algunos investigadores creen que las verdaderas sustancias péc-  
ticas sólo están constituidas por polímeros del ácido galacturónico,  
en contraposición de otros, que suponen que las arabanos y las galac-  
tanos están de algún modo enlazadas al ácido poligalacturónico como  
componentes del polímero a largos intervalos o quizá como cadenas la-  
terales del mismo. Se sabe asimismo, que en la composición de las --  
pectinas se encuentran sorbosa y ramanosa y en pequeñas cantidades -  
acetilo. Estas sustancias junto con la galactosa y la arabinosa, se  
consideran sustancias adventicias a las pectinas, por su comporta-  
miento parecido a la separación de éstas últimas.

Existen indicios que algunos otros elementos se pueden unir al  
polímero, ya sea por enlace glicosídico por puentes de hidrógeno, --  
formación de anhídridos, formación de lactonas o enlaces en pequeña  
proporción de iones polivalentes. (29).

Así pues, un ácido pectínico en cuanto a su composición quím-  
ca, se verá caracterizado por el tamaño de la molécula, su grado de  
esterificación y su proporción de sustancias adventicias.

En el caso de la protopectina, se endobra por hidrólisis en áci-  
dos pectínicos. La protopectina es insoluble en agua y se atribuye -  
su insolubilidad a la formación de grandes moléculas complejas en --  
las que intervienen iones polivalentes. Esta insolubilidad se debe -  
asimismo a que la protopectina está formada por moléculas muy gran-  
des de ácidos pectínicos que deben ser degradadas por algún método -  
para la formación de ácidos pectínicos solubles en todo para la for-  
mación de ácidos pectínicos solubles en agua.

### 3.5 PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE LAS PECTINAS

Con el objeto de determinar el tamaño de la molécula se ha tratado de determinar el peso molecular de los ácidos pectínicos. Para estas determinaciones se han seguido métodos diferentes, entre los que se pueden mencionar los crioscópicos, osmóticos, de difusión, -- así como medidas de viscosidad, de la velocidad de sedimentación, -- del poder reductor. Los valores obtenidos han sido muy diferentes y varían desde 2,500 hasta 300,000. Estos valores dependen del origen de la muestra, del método de separación y del método de medición. -- Sin embargo, trabajando con muestras del mismo origen y bajo circunstancias iguales, es posible encontrar una correlación entre el intervalo de los pesos moleculares y la viscosidad, la formación de geles, la formación de coloides, etc.

La pectina purificada es un sólido blanco o ligeramente crema, soluble en agua en proporciones muy bajas (2 a 3%). En el agua la -- pectina seca forma grumos, los cuales son muy viscosos por fuera y -- secos por dentro. Para evitar este fenómeno, la pectina siempre se -- mezcla con diferentes sustancias como azúcar, sales amortiguadoras, o se humedece en alcohol antes de agregarse al agua. La solubilidad de la pectina depende de su calidad, siendo las de inferior calidad más solubles.

Uno de los factores que intervienen dentro de la formación de -- geles es la potencia de la pectina o grado de jalea. Este grado de -- jalea está definido como la potencia de gelificación. Esto significa

que una parte en peso convertirá en jalea una solución que contenga una parte de azúcar conocida. Así pues una pectina de grado 150 es -- capaz de formar con 1 gr. de pectina una jalea adecuada con 150 grs. de azúcar si ésta se encuentra en solución a 65% y en condiciones de acidéz adecuada.

Otra de las propiedades de la pectina, es el tiempo de solidifi-- cación. Esta propiedad está relacionada con el origen de la muestra. Esta coagulación puede retardarse con la adición de sales amortigua-- doras, así como por una desesterificación parcial.

Las soluciones de las pectinas muestran el fenómeno de la rota-- ción óptica y los valores fluctúan entre 150 y 290 grados. Esta rota-- ción depende de la composición de la molécula.

Con respecto a la viscosidad, las soluciones de pectina aumen-- tan su viscosidad conforme al pH es más ácido, convirtiéndose en ge-- les por debajo de pH 3.5 a 2, dependiendo de la cantidad de éster -- presente en la molécula.

La propiedad de formación de geles con soluciones de azúcar y á-- cido es la propiedad más importante de las pectinas. Este poder geli-- ficante depende primeramente del tamaño de la molécula, siendo ésta una relación no totalmente conocida. Dos pectinas de composición quí-- mica parecida y peso molecular análogo, pueden tener diferente poder gelificante. Las pectinas de elevado contenido de éster metílicos, -- son utilizadas en la preparación de geles con un contenido de azúcar superior al 50% en peso de la solución, mientras que las pectinas de bajo éster son utilizadas para la formación de geles con escaso con--

tenido de sólidos.

Por la cantidad de grupos carboxílicos existentes en la molécula de pectina, éstos pueden valorarse por análisis volumétrico.

Las curvas de valoración de estos grupos carboxílicos libres -- son parecidas a los ácidos mohobásicos.

El tratamiento prolongado de las pectinas con ácidos minerales diluidos, desesterifica progresivamente a la molécula y al ser tratados con ácidos muy concentrados en caliente se puede producir una -- descarboxilación de las moléculas. Los análisis en caliente causan -- degradaciones no totalmente conocidas en las pectinas.

Las pectinas son sustancias reductoras débiles, siendo este efecto a grupos reductores presentes dentro de la molécula. Esta acción reductora se ve afectada por el "bloqueo" de los grupos reductores.

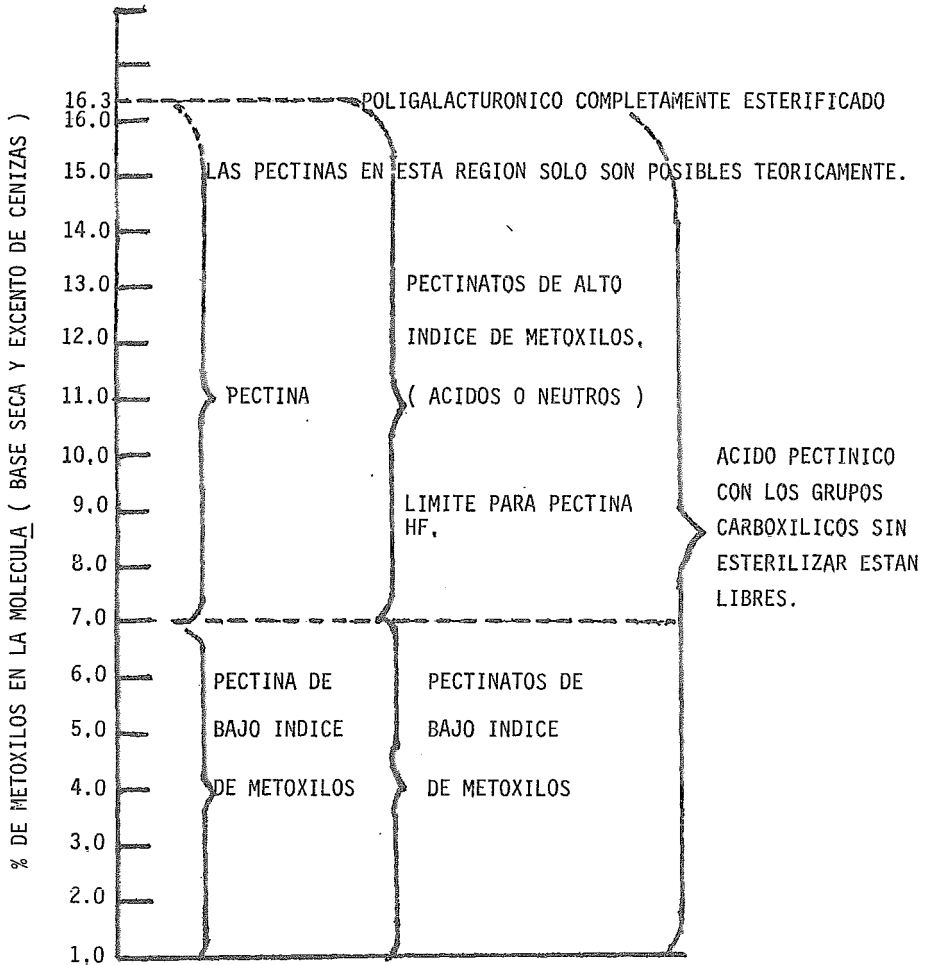
Las pectinas comerciales poseen índices de metóxilos muy variables, pues pueden encontrarse pectinas de valor de 13% de metóxilos hasta valores de 2% de metóxilos. Aquellas que contienen una proporción menor de 7%, se les denomina "pectinas de bajo índice de metóxilos".

Cuanto más esterificados están los carbóxilos de la molécula la pectina se disuelve con mayor facilidad. Son especialmente apreciadas las pectinas con un índice de metóxilos por los valores de 4.5 a 2.5%.

La caracterización de las pectinas en cuanto a su índice de metóxilos, se encuentra en el diagrama. (Fig. 2).



CARACTERIZACION DE LAS PECTINAS DE ACUERDO A SU INDICE DE METOXILO.



NOMENCLATURA DE LAS SUBSTANCIAS PECTICAS DE ACUERDO A SU INDICE DE METOXILO.

Por último, es interesante consignar los cambios que sufren las pectinas a lo largo de su almacenamiento. Cuando las pectinas han sido secadas, siendo la humedad máxima de 10%, éstas no varían con el tiempo, pero si se trata de pectina líquida, existe en ella un proceso de degradación o envejecimiento, que aumenta con la temperatura y se produce hasta por debajo de los 0 grados centígrados. Este proceso no es muy conocido y no se tiene una explicación lógica hasta la fecha.

### 3.6 PECTINAS DE BAJO ESTER O BAJO INDICE DE METOXILOS

Este tipo de pectinas contienen de 2,5 a 4.5% de metóxilos, se utilizan en la formación de geles con soluciones que contienen una cantidad de sólidos muy pequeña (menos de 10%), formándolos en presencia de un ión que comúnmente es el calcio.

Estas pectinas se obtienen por la desesterificación parcial de las pectinas comerciales, siendo los posibles métodos de desesterificación:

Tratamiento con ácidos.

Tratamiento con alcalis.

Métodos Enzimáticos.

En la desesterificación ácida, se obtienen productos de alta calidad, siendo este método el más usado por las industrias.

El tratamiento con alcalis proporciona productos de desesteri--  
ficación más rápidos, pero su desventaja estriba en la degradación -  
que sufren los ácidos pectínicos. Esta degradación se ve favorecida  
por la presencia de iones polivalentes como calcio y magnesio.

La desesterificación por métodos enzimáticos, se lleva a cabo -  
por la acción de la enzima Pectin Estearaza, la cual es obtenida de  
alfalfa, pero no ha logrado tener un desarrollo en la industria, ---  
principalmente por que los métodos químicos dan mejor resultado y --  
son económicamente más accesibles. Por este método se han logrado ob  
tener pectinas de índice de metóxilos de 0,5%.

Estas pectinas presentan diferentes cambios durante su almacena  
miento que las pectinas comerciales, así como diferentes propiedades  
en la formación de geles con soluciones de azúcar y agua en condicio  
nes de acidéz necesaria.

## C A P I T U L O I V

### E S T U D I O S D E P R O C E S O S

#### 4.1 TECNOLOGIAS EXISTENTES

En la extracción de las pectinas, existen diferentes tecnologías adecuadas a la materia prima de la cual se va a partir. Como en la fabricación de pectinas sólo han alcanzado importancia comercial el bagazo de las manzanas, la cáscara de los cítricos, y las rebanadas secas de la remolacha azucarera, se han desarrollado tecnologías adecuadas a cada producto.

Al preparar en los laboratorios los ácidos pectínicos, lo que interesa es extraer completamente del tejido de las plantas las materias pecticas u obtenerlas con la menor alteración posible (6) (27).

En la industria el fin que se pretende es la obtención de productos de máximo valor comercial mediante el mínimo costo posible; sin embargo, no es posible porque la calidad de las pectinas aisla--

das no son del grado deseado de determinadas materias primas, ni se intenta extraer toda la pectina en ellas existente.

Sólo reseñaremos la preparación de las pectinas de manzana, cítricos, de remolacha y de tejocote, sin tratar de todas las dificultades que surgen en la obtención de las pectinas, ya que pueden ser fácilmente disminuídas o destruídas durante el proceso.

Las ventajas y desventajas de obtener pectinas de el bagazo de manzana y de la cáscara de frutos cítricos, por una parte, o de rebanadas de remolacha, por la otra, no están muy claras.

#### 4.2 PECTINA DE MANZANAS

La pectina de manzanas se extrae generalmente del bagazo seco de las manzanas que se han exprimido para obtener su jugo o fabricar la sidra (26). En cantidades limitadas se han utilizado manzanas enteras y bagazo húmedo; pero tanto la separación de materia péctica con el jugo (carbohidratos) como la desecación del bagazo hacen más eficaz la extracción de la pectina. A veces el bagazo recientemente exprimido se lava con un poco de agua antes de proceder a secarlo. Para la conservación del bagazo húmedo, entre ellos la congelación y el empleo de gas sulfuroso, pero se conserva así solamente cuando no se dispone de medio para su desecación.

El bagazo de las manzanas se seca en tambores giratorios, secaderos con bandejas o en los anticuados hornos para manzanas. El bagazo seco contiene cuatro a ocho por ciento de humedad y se almacena

preferentemente en frigorífico. Debe evitarse la excesiva absorción de humedad (10%), para evitar el deterioro, aplicándole fumigaciones con sulfuro de carbono u otros agentes para evitar la infestación -- con insectos.

En la obtención de la pectina, primeramente se empapa el bagazo con agua, por la hidratación se hincha el bagazo y se elimina sustancias solubles en el agua, principalmente azúcar y materias colorantes. Es importante eliminar estas impurezas si el extracto de pectina ha de usarse como pectina líquida.

El equipo puede ser de madera, aluminio, acero inoxidable o hierro revestido de cerámica. Lo que importa es que sea inatacable por los ácidos que se utilizan en la extracción. La presencia en los extractos de algo más que simples indicios de metales pesados hace imposible la obtención de la pectina. Por lo cual es muy importante la calidad del agua que no debe contener metales pesados y muy poco calcio y magnesio. Iguales precauciones han de tomarse respecto de la pureza del agua en la fase preliminar del tratamiento de las materias primas. Afortunadamente, los métodos modernos para eliminar esos iones que estorban, mediante el empleo de agentes de intercambio de iones, como las ceolitas y las resinas, hacen factible la depuración del agua en gran escala.

La pectina se extrae del bagazo de la manzana por medio del agua caliente acidulada. El grado de acidez recomendado es pH 1.8-3.0; el intervalo 2.6-2.8 es el comunmente empleado. Se usan los ácidos tartárico, cítrico, láctico o fosfórico si el extracto ha de ser

enviado al mercado como solución, y el sulfúrico y el clorhídrico si la pectina ha de ser precipitada del extracto. La proporción entre la materia prima y el agua acidulada es de 16 partes de agua por una de bagazo de manzana seca; las diferencias en la capacidad de retención de agua del bagazo y otros factores origina divergencias considerables. El rendimiento de pectina aumenta con el mayor volumen del agua empleada, pero esto eleva la cantidad de extracto que ha de ser filtrado, o enviado, concentrado o tratado con precipitación. Cuanto más alta es la temperatura de extracción, más corta es la duración del calentamiento que rinde mayor número de unidades de jalea. Dos horas de calentamiento a 79°C a 85°C o a una hora a 95°C son dos ejemplos; pero la acidez aplicada debe ser tomada en consideración. La mezcla de bagazo y agua acidulada se calienta con vapor de agua, introducido mediante tubos perforados o de modo indirecto en tanques con camisa de vapor. Lo segundo es más conveniente. Se agita la mezcla lentamente; hay que evitar en lo posible la desintegración del bagazo, que originaría dificultad en las fases posteriores de la fabricación.

Los polifosfatos han sido utilizados con éxito en la extracción de pectinas. (27). Permiten operar con más elevado pH, menor corrosión y acortan el tiempo necesario para la extracción. Sin embargo, los polifosfatos extraen de algunas materias primas componentes pécticos que son de valor dudoso para la confección de jaleas y por ello aquellas sales deben aplicarse con prudencia. La eliminación de las pectinas precipitadas es también difícil.

El extracto líquido se separa del bagazo y éste se prensa, de ordinario en prensa hidráulica. Se suele combinar la comprensión con la acción de la fuerza centrífuga. Para someter el bagazo de manzanas a una segunda extracción.

El extracto péctico turbio se deja enfriar y reposar durante varias horas para su sedimentación. Cuando su temperatura ha descendido a unos 38°C se eleva el pH del extracto a 4.5 y se agregan enzimas clarificadoras para descomponer el almidón, dextrinas y algunas proteínas. Después el extracto es rápidamente calentado a 85°C para inactivar la enzima. Se enfría en intercambiadores de calor tubulares o de placas y se filtra con la ayuda de filtros prensa. En la producción de pectina líquida, la solución de pectina, transparente y ligeramente coloreada, se concentra en evaporadores de efecto múltiple o en evaporadores al vacío hasta reducirlos a un cuarto de su volumen. A una temperatura no mayor de 55°C. Después se ajusta su composición mediante la adición de tampones y otros aditivos, el concentrado líquido se vierte caliente en botellas esterilizadas para el consumo familiar. Usando como preservadores el benzoato de sodio al 0,18% y otros derivados del ácido benzoico.

La pectina líquida vendida a la industria conservera suele tener unos 5° de jalea. La pectina forma entre una tercera parte y la mitad de los sólidos contenidos en la solución.

Para la preparación de la pectina en polvo, el extracto transparente o el extracto concentrado se precipita por medio de disolventes orgánicos o de metales pesados. Se emplea el alcohol isopropílico

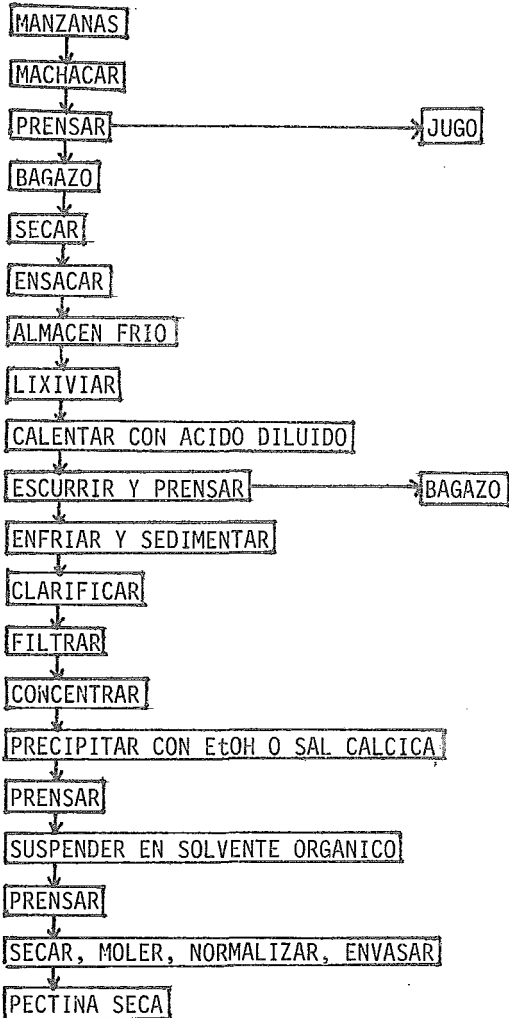


co. Hasta lograr una riqueza alcoholica de 80%. A esta concentración de alcohol, la pectina precipita, obteniéndose una pectina de color ligeramente café. El precipitado se bombea sobre un tamiz de malla muy fina y se prensa, se enfría, se muele, se tamiza y se normaliza y se envasa para la venta.

Asímismo, puede secarse el líquido concentrado de pectina por un secador de aspersión, pero este método es caro y no ha alcanzado gran importancia industrial. El secado por éste último método dá a la pectina un color más claro y causa menor daño a la misma.

Por otro procedimiento se precipita la pectina del extracto por la adición de algunas unidades por ciento de sulfato de cobre. Más comúnmente se agrega sulfato aluminico potásico (alumbre) y se aumenta el pH del extracto hasta 4.2. La pectina precipitada por sales de aluminio (pectina verde) se hace flotar insuflando aire en el tanque de precipitación, se hace pasar por un tamiz, se lava con agua fría, y se prensa. En esta fase del procedimiento se puede eliminar el metal con alcohol etílico acidulado y se hace desaparecer el ácido con alcohol etílico neutral o ligeramente alcalino. Se hacen nuevos lavados con alcohol etílico de concentración más elevada, se prensa la torta a temperatura inferior a 82°C, se seca y se muele. Existen muchas modificaciones de este método que se aplica en diversas condiciones de fabricación.

## 4.2.1 DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA OBTENCION DE PECTINA DE MANZANA



### 4.3 PECTINAS DE REMOLACHA

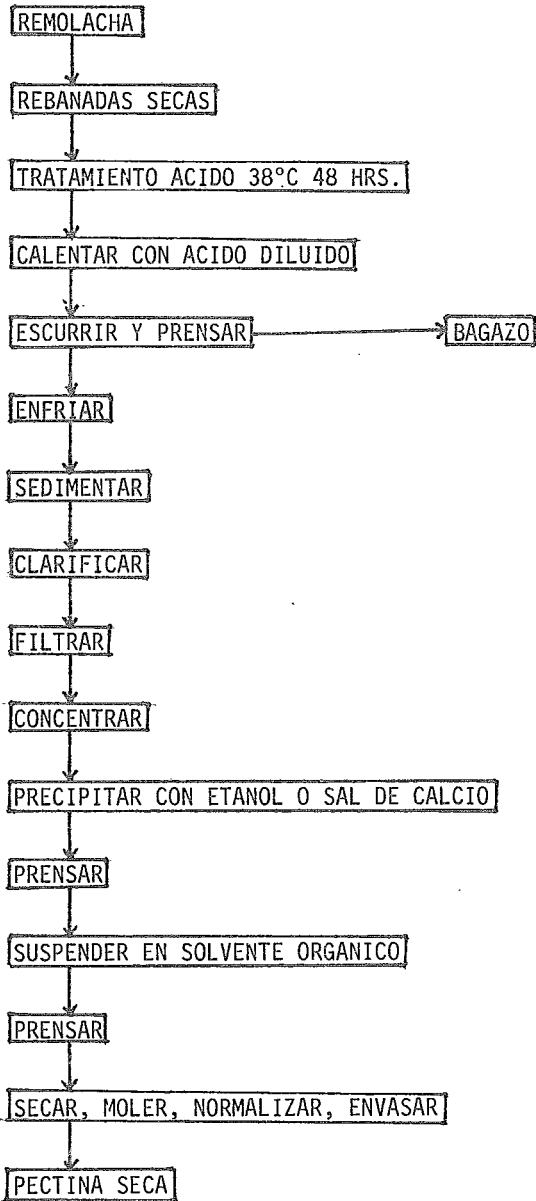
La materia prima para la pectina de remolacha son las rebanadas secas producidas en la fabricación de azúcar, de las que se dispone en enormes cantidades.

La pectina de remolacha fabricada hasta 1940 valía poco para la formación de jalea. En un principio se supuso que el bajo promedio de los pesos moleculares era el causante del fracaso. Sin embargo, se descubrió que el peso molecular medio de algunas de aquellas pectinas no era muy diferente de las pectinas cítricas o de manzanas capaces de formar jaleas (22). Según investigaciones más recientes, -- los grupos acetilos de las pectinas de remolachas impiden la formación de jalea (6).

Este descubrimiento indujo a tratar las rebanadas de remolacha con agua acidulada, de pH inferior a 1.0, a unos 38°C por 48 horas, o extraer primeramente la pectina por métodos esencialmente análogos a los usados para la pectina de frutos cítricos o de manzanas y tratarla a continuación con ácido concentrado a baja temperatura. La pectina de remolacha preparada de esta manera contiene menos de 1% de acetilos y muestra un poder gelificante de más de 150°.

Después de este tratamiento se extrae la pectina tratando las rebanadas como si fueran cáscaras de cítricos.

## 4.3.1 DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA OBTENCION DE PECTINA DE REMOLACHA



#### 4.4 PECTINA A PARTIR DE CITRICOS

Las cáscaras cítricas residuales de la fabricación de concentrados y jugos cítricos son una importante materia prima para la obtención de la pectina. Actualmente se tiende a emplear las cáscaras cítricas en lugar del bagazo de manzanas. Principalmente porque el suministro de cáscaras es más regular. La mayor parte de las cáscaras cítricas se usan inmediatamente después de haberse exprimido el jugo, pero gran cantidad de ellas (especialmente de tornojas) se secan y así se conservan para emplearlas en las operaciones que se realizan fuera de la estación.

En la manufactura del jugo cítrico se elimina primeramente el aceite del pericarpio del fruto. Para ello se rompen las celdillas o aceitíferas por algún medio y se extrae el aceite con agua en exceso. Luego se separa el aceite por centrifugación.

Es importante calentar las cáscaras tan pronto como sea posible después de la eliminación del aceite y del jugo, pues las enzimas causan alteraciones perjudiciales a la buena calidad de la pectina. Se inactivan las enzimas por el rápido calentamiento a 93°C. Después se dejan enfriar las cáscaras, se pican y se lavan para quitar la mayor cantidad posible de azúcar y de materias de sabor. Las cáscaras lavadas se deshidratan antes de emplearlas en la extracción de pectina.

Aquí lo que importa es obtener rendimiento máximo de unidades de jalea sin que se ablande la cáscara hasta el punto de que la sepa

ración y filtración del extracto se hagan demasiado difíciles. La mayor parte de la pectina cítrica vendida se presenta en forma de polvo normalizado.

Ahora veremos y examinaremos el proceso de obtención de pectina a partir de corteza seca de limón según la planta Sunkist Growers at Corona en California. (33).

Esta planta usa ácido para la extracción y el método de tierras diatomáceas y nos concretaremos a describir el proceso utilizado por esta planta.

Se comienza con la corteza donde después de haber extraído el jugo ha pasado a través de un interruptor rotatorio la cual produce unas piezas mas pequeñas de diámetro. Después de la extracción del jugo se pasa a la destilación del aceite esencial que es destilado, la corteza es descargada en tanques con agua fría y de ahí es transportada para la primera operación de extracción de la pectina:

1o. La corteza es lavada en un mezclador y agitador para remover tanto como sea posible los citratos.

2o. La corteza con agua es bombeada, alimentándola a tambores de secadores, dentro de un tanque medidor directo a sacos para que se almacenen.

3o. Del almacén es pasada a un tanque pesador y se le adiciona agua fresca, bombeando la solución al cuarto de ex-tracción.

a). Algunas son almacenadas en tanques con SO<sub>2</sub> pa

ra evitar la contaminación mientras no se usa.

4o. Los tanques de extracción contruídos de madera, se le adicionan  $\text{SO}_2$  ó  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a un pH aproximado de 2.2 y es cocido por un tiempo de 45 minutos a  $95^\circ\text{C}$  inyectando vapor a baja presión, lo que requiere una agitación constante que asegura la extracción uniforme.

5o. La solución de pectina y corteza pasa desde los tanques de extracción a un tambor, donde la corteza es removida y el licor (0.40-0.7% de pectina) es recibido en tanques de retención. La corteza normalmente es descargada y en ocasiones recirculada para una segunda o tercera extracción.

6o. El licor de pectina conteniendo algunos fragmentos de corteza sólidos son pasados a través de un filtro de tela para remover y quitar las partículas tanto como sean posibles.

7o. El filtrado se mezcla en tanques, con tierras diatomáceas aproximadamente a 250 libras por 2,500 galones y esta mezcla es bombeada a través de un filtro de hojas hasta clarificarse. Este licor claro es enfriado a  $30^\circ\text{C}$  en torres de enfriamiento en intercambiadores de platos.

8o. El licor de pectina frío (0.5 a 0.6% de pectina) es entonces mezclado en tanques de almacenamiento para asegurar su uniformidad en procesos subsecuentes.

9o. Entonces pasa después a los tanques de precipitación donde se les agrega cloruro de aluminio y carbonato de sodio en solución hasta obtener un pH aproximadamente de 4 donde es te

nida con agitación. La sal de aluminio hidroliza el licor de pectina para formar una sal básica que permanece en solución hasta un pH de 3.5 cuando se forma el hidróxido de aluminio el que en forma coloidal después coprecipita con la pectina en forma de coagulos amarillos verdosos. Haciendo posteriormente una clarificación con un calibrador de arcilla en forma y tamaño de una varilla de durazno hasta que esté a punto de desmoronarse.

10o. El precipitado es separado de licor madre en un tambor, el líquido es conducido a un tanque colector de desperdicios.

11o. El precipitado verde de pectina es bombeado a un filtro rotatorio con aire, donde es redistribuida la masa y el licor es removido hasta que la masa de pectina es (85 a 90% de humedad) y posteriormente desprendida y transportada a una desmenuzadora.

12o. Desde la desmenuzadora, la pectina finalmente dividida es enviada a tanques con alcohol y es bombeada a una centrífuga continua donde el alcohol es separado y junto con el otro alcohol recuperado en el proceso, es bombeado a tanques donde el alcohol es neutralizado y posteriormente se destila y se envía a los tanques de alimentación. El alcohol utilizado en este proceso es el isopropílico.

La pectina desmenuzada es lavada, y transportada a tanques de lavado con una mezcla de 55% de alcohol, 6.5% de ácido clorhídrico y 38.5% de agua a un pH de aproximadamente 1.0.



La pectina es producida por un precipitado complejo (pectina e hidróxido de aluminio), seguido de una aplicación de ácido en alcohol diluido, la pectina es insoluble pero sí son solubles los compuestos de aluminio. Cuando el precipitado se muestra poroso, finalmente dividido y no muy compacto, se hace un lavado de la pectina donde se eliminan todas las sustancias ajenas a ésta.

13o. El próximo paso viene por un lavado en un cilindro rotatorio forrado con caucho, asimismo tienen un filtro de malla asemejando un falso soporte. Aquí la pectina es lavada 7 veces o más para remover las impurezas y decolorarlo, con solución de ácido alcohol es bañada antes y después de cada lavado. Después es adicionado amoníaco en alcohol para obtener un pH de 4 el cual es óptimo para la estabilización del producto.

La pectina húmeda obtenida en el paso anterior es lavada para ser secada inmediatamente, y adicionando alcohol fresco después del lavado. La pectina destinada para un uso posterior es retenida y guardada en tanques con solución ácido alcohol caliente.

14o. La pectina de aproximadamente 60% de humedad, es llevada a un secador primario, el cual es estacionario y con una camisa con agua caliente, un secador al vacío tipo lote el cual tiene en el centro un interruptor horizontal en forma de flecha horizontal con agitador. Durante 3 horas a 77°C y 20 a 25 pulgadas de vacío reduce el contenido de humedad de la pectina de un 60 a un 30%.

15o. El producto parcialmente secado es transferido a una segunda etapa del secado durante 3 horas a 77°C y 20 a 25 - pulgadas de vacío con agitación constante así la descarga sale de 7

a 10% de humedad.

16o. El producto seco no clasificado es cribado y el material grueso es retornado a la extracción en el proceso. El material intermedio menor de mallas del No. 14 al 60, es pasado a un molino de martillos y se vuelve a recircular al paso anterior hasta que el producto pase sobre las mallas del No. 60 y embarricado en forma granular para el producto no estandarizado. Todo el polvo colectado en el filtro es conducido por un sistema neumático para retornarse al proceso de extracción.

17o. El producto granular es conducido y combinado en tanques de almacenamiento en botes de 2,400 libras son mezclados y empaquetados en bolsas de fibra para su almacenamiento. El laboratorio de control toma las muestras de los polvos de cada lote para los análisis y futuras estandarizaciones.

#### 4.5 PECTINA COMO PECTATO CALCICO

Este método es uno de los más utilizados dentro del campo de la investigación, así como dentro del campo industrial. Se basa en la precipitación de los ácidos pécticos por la acción de un ión polivalente (Ca). El método es el siguiente:

A la solución de pectina concentrada, se saponifica con sosa en exceso, acidulando inmediatamente después con ácido acético y se precipita la pectina con la adición de una solución de cloruro cálcico

0.2 N y después con agitación constante, se agrega solución de cloruro cálcico 1 N. La mezcla se hierve durante dos minutos, se filtra y el precipitado se lava con agua hirviente. Se pasa al precipitado a un vaso con agua y se hierve nuevamente por dos minutos, para posteriormente filtrarlo. El precipitado se lava con agua y con alcohol caliente. En general este método es muy económico y se obtiene un rendimiento alto. En el caso de que se conozca la cantidad de pectina introducida, generalmente se obtiene un 10% más del peso introducido.

#### 4.6 PECTINA DE TEJOCOTE

La pectina del tejocote se fabrica generalmente a partir del fruto completo, como se han hecho las otras extracciones de pectina es similar pero con la diferencia de que el pH recomendado es de dos.

Antiguamente cuando se hacía la extracción de la pectina se obtenía del tejocote, pero es incosteable ya que se usa el fruto completo para obtenerla además de que presenta muchos grupos acetilos presentes en la pectina del tejocote. Y para eliminar estos grupos acetilos lleva un tratamiento previo lo cual lo hace más caro, pero en general el método de extracción es el mismo utilizado que en los otros procesos de extracción de pectina de manzanas y frutos cítricos.

#### 4.7 OBTENCION DE PECTINAS CON OTROS SOLVENTES

En la precipitación de la solución de pectina concentrada se han utilizado diferentes solventes orgánicos. Estos generalmente han sido alcohol metílico, alcohol isoamílico, acetona, pero se han deshechado a nivel industrial por el alto costo de estos solventes en comparación al alcohol etílico. En el laboratorio el solvente que por sus características dió mayor resultado fue el alcohol isoamílico.

## C A P I T U L O V

### P A R T E E X P E R I M E N T A L

#### 5.1 INTRODUCCION

Para realizar este trabajo se tomaron en cuenta las necesidades para la industrialización del limón y para completar la misma, se ha utilizado la cáscara del limón para la obtención de pectina.

La mayor parte del subproducto bruto de la industrialización -- del limón constituido por cortezas, pieles, carpelares y semillas se destina a la fabricación de piensos. En ocasiones las cortezas se so meten a tratamientos específicos para utilizarlas en la preparación de confituras, bebidas aromatizadas, pastas y otras clases de produc tos alimenticios. Una cierta proporción de la pulpa se suele separar para emplearla en la fabricación de jaleas, mermeladas, bebidas, --- etc.

Entre las otras posibles aplicaciones de los subproductos cítricos, se encuentra la fabricación de pectina. La corteza de los frutos cítricos en general es un material idóneo para la fabricación de este producto.

Ante la posibilidad de que esta fabricación resulte más rentable que la preparación de corteza seca para piensos. Se ha considerado de sumo interés desarrollar este trabajo, en el que a partir de limones para la obtención de pectinas y se evalúa el rendimiento y su calidad como materia prima para la fabricación de pectina.

Ahora indicaremos y mencionaremos el plan de trabajo seguido -- con las condiciones y las variables a controlar que se realizaron durante este trabajo.

## 5.2 METODOLOGIA EN EL LABORATORIO

Para la obtención de pectina de corteza seca de limón mexicano, se utilizaron los tipos de cáscara como se mencionó en el capítulo II.

El proceso se utilizó para lo cual primeramente se determinaron las variables que se controlaron. Estas en general se pueden dividir de acuerdo a la operación que se está llevando a cabo. Las operaciones principales fueron:

- a) Hidrólisis
- b) Filtración
- c) Concentración

d) Precipitación

e) Secado

Dentro de las operaciones mencionadas, se optimizaron las siguientes características:

Hidrólisis	pH
	Temperatura
	Tiempo
Filtración	Filtrado con filtroayuda
	Filtrado sin filtroayuda
Concentración	Volumen 1/5
	Volumen 1/4
Precipitación	Alcohol Etílico
	1/2 alcohol et. + 1/2 acetona
Secado	Temperatura
	Tiempo

En la operación de Hidrólisis, manteniendo dos de las variables fijas, se hacía variar una de ellas obteniendo con ello una variación en la viscosidad. Mediante la medición de la viscosidad del filtrado, se observa el efecto de cada una de las variables. Las varia-

bles se trabajaron de acuerdo a:

pH	1.01, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0
Tiempo (min.)	45, 60, 75, 90
Temperatura (°C)	68, 72, 85, 92

Esto dá como ventajas un poder hidrolítico parecido al de HCl - solo, pero en la descomposición del  $H_2SO_3$  da la siguiente reacción:



Como se nota, el producto de descomposición es  $SO_2$  que en la -- práctica es un agente blanqueador.

Dentro de la operación de la filtración, se trabaja ron las variantes de utilizar filtroayuda o sin filtroayuda. Para de terminar cual de los dos métodos daba mejor resultado, se determinó la viscosidad del filtrado, así como el tiempo de filtración y faci- lidad.

En la operación de concentración, se varió la temperatura de -- evaporación, así como el volúmen final al cual se llevó. Esa determi nación se varió así:

Temperatura	40°C	50°C
-------------	------	------



Volumen	1/4 partes, 1/5 partes del volumen original
---------	---

En la operación de concentración, se hizo mediante un rotavapor a presiones bajas y temperaturas bajas, y se determinó que un mejor control de las variables anteriores permitían un rendimiento más alto cuando el volumen se reducía a 1/5 parte así también da lugar a utilizar una menor cantidad de alcohol para precipitar a la pectina.

En la operación de secado, se variaron las temperaturas y el tiempo, de acuerdo a las dos condiciones de operación siguientes:

Temperatura	50°C, 100°C
Tiempo	40 min., 50 min.

Una vez obtenida la pectina de las dos cáscaras de limón se procedió a compararlas para la determinación de la calidad de las mismas. Para la comparación de esta calidad se llevaron a cabo las siguientes pruebas:

1. Índice de gelificación.
2. Índice de metóxilos
3. Por ciento de ácido anhidrogalacturónico.

Al subproducto obtenido de la extracción de pectina, se le hizo un estudio para determinar si era posible su utilización como un com

ponente para la fabricación de alimentos balanceados.

La pectina obtenida se probó sobre la fabricación de un producto alimenticio (mermelada de limón) para determinar si su utilización a nivel industrial era conveniente.

Los resultados de las determinaciones se encuentran en el Capítulo VIII de resultados.

### 5.3 MATERIAL Y METODOS ANALITICOS EPECTUADOS

#### HUMEDAD

##### a) Secado a la estufa.

En un pesafiltro a peso constante, se pesa de 5 a 10 gramos de la muestra y se lleva a una estufa a la temperatura de 110°C durante un tiempo mínimo de 2 horas. Se saca y se deja enfriar en un desecador, se pesa y nuevamente se introduce a la estufa por un tiempo de una hora hasta que la pérdida en el secado sea constante. El resultado se reporta en por ciento (%) (6).

##### b) Humedad por arrastre de tolueno o xilol.

En este método se utiliza tolueno o xilol, que son sustancias orgánicas cuyo punto de ebullición es mayor al del agua. (Punto de ebullición del tolueno 104°C y punto de ebullición del xilol 110°C). Siendo además inmisible con el agua.

Se pesan 20 gramos de la muestra en un matraz de bola y se adicionan 100 ml. de tolueno o xilol. Se conecta éste a una trampa de vidrio graduada (trampa de Stark) la cual se encuentra conectada por

su parte superior a un refrigerante. Se calienta el matraz y se deja a reflujo hasta que no haya variación en la escala de la trampa para el agua. Para la realización de la lectura es necesario dejar enfriar el agua hasta la temperatura a la cual el aparato está graduado. El resultado se reporta en por ciento (%) (27).

### CENIZAS

Las cenizas representan la porción inorgánica estable a la temperatura a la cual se trabaja.

En un crisol a peso constante, se pesa de 2 a 4 gramos de muestra. Esta se carboniza primeramente con un mechero para evitar la salida explosiva del agua pudiendo arrastrar consigo partículas de muestra. Se lleva a una mufla a la temperatura de 550°C, para evitar que los cloruros se volatilicen, se suspende el calentamiento cuando las cenizas esten de color blanco ligeramente gris. (En el caso de observarse puntos negros en las cenizas se agrega un poco de agua destilada y se vuelve a calcinar). Se enfría en un desecador, se pesa y se introduce nuevamente a la mufla hasta que el peso sea constante, el resultado se reporta en tanto por ciento (%) (26).

### PROTEINA CRUDA

Método de Kjeldhal.

Se pesa aproximadamente dos gramos de muestra en un papel libre de nitrógeno y con todo y papel se introduce en un matraz Kjeldhal. Se agregan 0.3 gramos de sulfato de cobre pentahidratado, 10 gramos

de sulfato de potasio y 25 ml. de ácido sulfúrico concentrado y perlas de ebullición. En la campana se coloca el matraz en posición inclinada en un soporte y se calienta con mechero lentamente hasta que cesen los humos blancos, se coloca un embudo de cola corta en la boca del matraz y se continúa el calentamiento más fuerte para destruir la materia orgánica. La solución debe quedar completamente clara. Enfriar y diluir con 200 ml. de agua destilada; se enfría con hielo y resbalando por las paredes del matraz se agrega una solución concentrada de NaOH (40 gr. de sosa en 40 gr. de agua) que también se ha enfriado previamente. Se conecta inmediatamente el matraz a la alargadera de Kjeldhal que ya está unida al refrigerante, el cual lleva otra alargadera terminal que va introducida a la solución de ácido valorado. (50 ml. de ácido clorohídrico 0.1 N) Todas las conexiones deben ser de hule para que ajusten perfectamente y no haya fugas, se estratifica las dos capas y se calienta de inmediato destilando aproximadamente 150 ml. Para suspender la destilación se retira primero el matraz en donde se recibió el destilado y después se suspende el calentamiento para evitar que se produzca un sifoneo. Se titula el exceso de ácido valorado con solución de NaOH valorado usando rojo de metilo como indicador. (19).

Asimismo, se debe hacerse un blanco utilizando sacarosa.

La fórmula utilizada para la determinación es:

$$\% N_2 = \frac{(\text{ml. de blanco} - \text{ml. de problema}) \times N \times 0.014 \times 100}{\text{gramos de muestra}}$$

$$\% \text{ de proteína} = \% \text{ de } N_2 \times 6.25$$

### GRASA CRUDA

Se pesa de 2 a 5 grs. de muestra y se introduce en un cartucho especial, se coloca el cartucho en el Soxhlet. Por otro lado se coloca un matraz a peso constante con piedras de ebullición, se conecta al Soxhlet y éste a un refrigerante de bolas. Se agrega éter etílico anhidro por el refrigerante, poniéndole tres cargas. Se calienta utilizando un foco o una resistencia. Generalmente ocho horas son suficientes para extraer toda la grasa, pero se puede hacer una prueba en una hoja de papel con las últimas gotas del descargue del Soxhlet; si ya no queda ningún residuo, se quita el Soxhlet y se procede a la recuperación del éter etílico mediante destilación. Finalmente se lleva el matraz a la estufa a 100°C hasta peso constante. El resultado se reporta en tanto por ciento (%) (22).

### FIBRA CRUDA

Se define como el componente orgánico de los alimentos insoluble en  $H_2SO_4$  y NaOH hirvientes.

Para esta determinación se pesan de 2 a 4 grs. de masa previamente desengrasada en un Soxhlet. Esta muestra se coloca en un vaso digestor de 600 ml. se adiciona 0.5 grs. de asbesto digerido y después 200 ml. de solución de  $H_2SO_4$  al 1.25%; esta solución debe estar hirviendo al agregarse, se calienta inmediatamente utilizando un refrigerante de reflujo, debiendo empezar a hervir antes de un minuto. Se deja hervir 30 min. después de los cuales se filtra a través de una tela de algodón o de lino hasta que no dé reacción ácida al rojo

de metilo. El residuo se regresa al vaso digestor y se repite el procedimiento con  $\text{NaOH}$  al 1.25%. Pasados 30 min., se filtra a través de un goch que ha sido preparado con asbesto digerido, se lava hasta -- que no dé reacción alcalina, después se lava con alcohol, se seca a  $100^{\circ}\text{C}$  y se pesa, después se calcina a  $900^{\circ}\text{C}$  se enfría y se vuelve a pesar. La diferencia entre estos dos pesos nos dá el contenido de -- fibra cruda. El resultado se reporta en por ciento (%) (6).

### CARBOHIDRATOS

a) Se suman los datos obtenidos de los análisis anteriores y esta suma se resta de 100. La diferencia se reporta como carbohidratos asimilables.

b) Determinación volumétrica.

Esta determinación utiliza el reactivo de Fehling el que consta de dos soluciones:

Solución A.- 34,639 grs. de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  aforados a 500 ml. de agua destilada.

Solución B.- 173 grs. de Tatrato de sodio y potasio y 50 grs. de  $\text{NaOH}$  aforados a 500 ml. con agua destilada. Esta solución debe dejarse reposar dos días.

Mezclar en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. 5 ml. de solución A y 5 ml. de la solución B, adicionando 50 ml. de agua destilada y con piedras de ebullición, calentar a ebullición y sin retirar el meche-

ro adicionar con una bureta la solución problema. El punto de vire - es difícil de observar, por lo que cuando el color azul sea pálido, se agrega unas gotas de azul de metileno al 1% como indicador, con-- tinuando la adición de solución problema hasta la decoloración del - indicador que se observa en las burbujas formadas en la superficie.

Se debe de realizar un blanco de reactivos para encontrar el -- factor de Felhing, utilizando una solución de sacarosa hidrolizada. La titulación se realiza en forma similar. (33).

#### PECTINA BRUTA

En un vaso de un litro de capacidad se colocan exactamente 25 - grs. de corteza de limón, añadiendo 600 ml. de agua destilada, se -- ajusta el pH a 2 con ácido clorohídrico calentándose a baño maría -- una hora manteniendo la temperatura a 90°C. La solución obtenida se deja enfriar y se separa la parte líquida mediante ligera presión a través de una tela de nylon. El tratamiento se repite para la fase - sólida obtenida. Los dos filtrados obtenidos se mezclan y se filtran a través de una capa de hyflo supercel, a través de un filtro tipo - buchner hasta obtener un líquido claro. Se concentra este líquido en un aparato rotatorio al vacío a una temperatura no superior a 50°C - hasta un volumen de 100 ml. Se añade el etanol hasta una concentra-- ción de 80%; se agita, se filtra, se lava el residuo con metanol, se seca y se lleva a peso constante en una estufa a una temperatura no mayor de 50°C. El resultado se expresa en por ciento (%) (31).

### PROPORCION DE METOXILOS

De los métodos propuestos para llevar a cabo esta valoración destaca por sus resultados prácticos el que toma como fundamento un proceso de saponificación.

La proporción o índice de los metóxilos indica la cantidad de grupos carboxílicos esterificados en la molécula de ácido péctico.

Se disuelven unos 2.5 grs. de pectina exáctamente en una balanza analítica pesados en agua con 5 ml. de NaOH 0.1 N; se aforan a 100 ml. se colocan 40 ml. de esta solución en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. se añaden 3 gotas de indicador que está formado por un volumen de azul de bromocresol al 0.4%, un volumen de rojo de cresol al 0.4%, y 3 volúmenes de rojo de fenol al 0.4%; se neutraliza con NaOH 0.1 N tomando como indicador el color rojo, que persiste durante medio minuto e indica un pH de 7.5. Se añaden 10 ml. de NaOH 0.5 N y se deja el matraz tapado por espacio de 30 minutos. Se valora el exceso de álcali con ácido clorohídrico 0.1 N. Se efectúa un blanco de reactivos. La diferencia de las dos valoraciones nos da la cantidad de NaOH consumido en la saponificación. Cada ml. de sosa 0,5 N equivale a 15.52 mg. de metoxilo. (31).

### GRADO DE GELIFICACION DE LA PECTINA

El grado de gelificación de la pectina que contiene la muestra se determina de acuerdo a la fórmula siguiente.

$$\text{GRADO DE LA PECTINA} = \text{factor de la firmeza del gel} \times \frac{650}{\text{Peso de la pectina existente en la cantidad de extracto empleado}}$$



### CONTENIDO DE ACIDO ANHIDRO GALACTURONICO

Se pesa exáctamente una cantidad próxima a 0.1 grs. de pectina, se le añaden 5 ml. de NaOH, 1 N se afora con agua hasta 100 ml. Se toma 10 ml. de esta solución y se diluye de nuevo hasta 100 ml. Se toma 1 ml. de esta nueva solución, se le añaden .05 de solución alcohólica de carbazol y 6 ml. de ácido sulfúrico concentrado. Por último, se mide espectrofotométricamente a 525 nm., el color desarrollado en esta reacción, procediéndose a interpolar el valor en una curva patrón. Expresado el porcentaje de ácido galacturónico que corresponde a la pectina. (31).

#### 5.4 OTRAS DETERMINACIONES

Determinación por precipitación con acetona.

Se toman 100 ml. de la solución de pectina y se ponen en un vaso de 300 ml. y se añaden, en chorro fino y agitando sin cesar, 100 ml. de acetona y se deja reposar unos 30 min. Se filtra; se arrastra el precipitado con agua al mismo vaso de 300 ml.; se completa con --- agua hasta un volumen de 100 ml. se vuelven a añadir 100 ml. de acetona, y al cabo de 15 min. se filtra de nuevo, en un papel circular previamente tarado. Se deseca el precipitado junto con el papel en una estufa a 100°C hasta obtener peso constante. La diferencia entre la última pesada y la del papel tarado es el peso de las sustancias pécticas existentes en la parte alícuota tomada para el análisis. -- (29).

#### Determinación como pectato cálcico.

Una parte alícuota de la solución de pectina de la que se espera obtener una cantidad de pectato cálcico comprendida entre 10 y 50 mg. se precipita por cuatro veces su volumen de alcohol etílico que contenga la cantidad de clorohídrico necesaria para hacer la mezcla resultante 0.1 N. Después de dejar reposar toda la noche se filtra - el precipitado, se lava una vez con alcohol acidulado y se disuelve fuera del papel de filtro con agua caliente. Después se saponifica - con exceso de álcali se acidula con acético 1. 0N y se precipita me diante la adición con agitación constante de una solución de cloruro cálcico, en primer lugar, de 0.2 N y después de 1.0 N. La mezcla se hierve durante 2 min. se filtra por papel y el precipitado se lava - con agua hirviendo. Se arrastra de nuevo el precipitado con agua al vaso, se hierve otra vez durante 2 min. y se filtra por un crisol de placa de vidrio tarado. Se lava el precipitado con agua caliente y - finalmente, con alcohol después se seca hasta peso constante a 100°C y se pesa. (29).

#### GRADO DE GELIFICACION DE LA CORTEZA SECA

La determinación directa del grado de gelificación USA-SAG de - la corteza seca, se realiza como sigue:

En un matraz de fondo redondo, de boca ancha y de capacidad de dos litros se colocan 18 grs. de corteza seca pulverizada, 20 ml. de ácido nítrico 0.1 N y cantidad de agua suficiente hasta un contenido

de 800 grs.

Una vez bien mezclado este contenido; se coloca el matraz sobre un calefactor eléctrico ajustándole un condensador de reflujo, y se calienta durante 45 min. a temperatura próxima al punto de ebullición hacia el final de este calentamiento, conviene colocar sobre la parte superior del matraz un paño empapado de agua fría para evitar la formación de espuma.

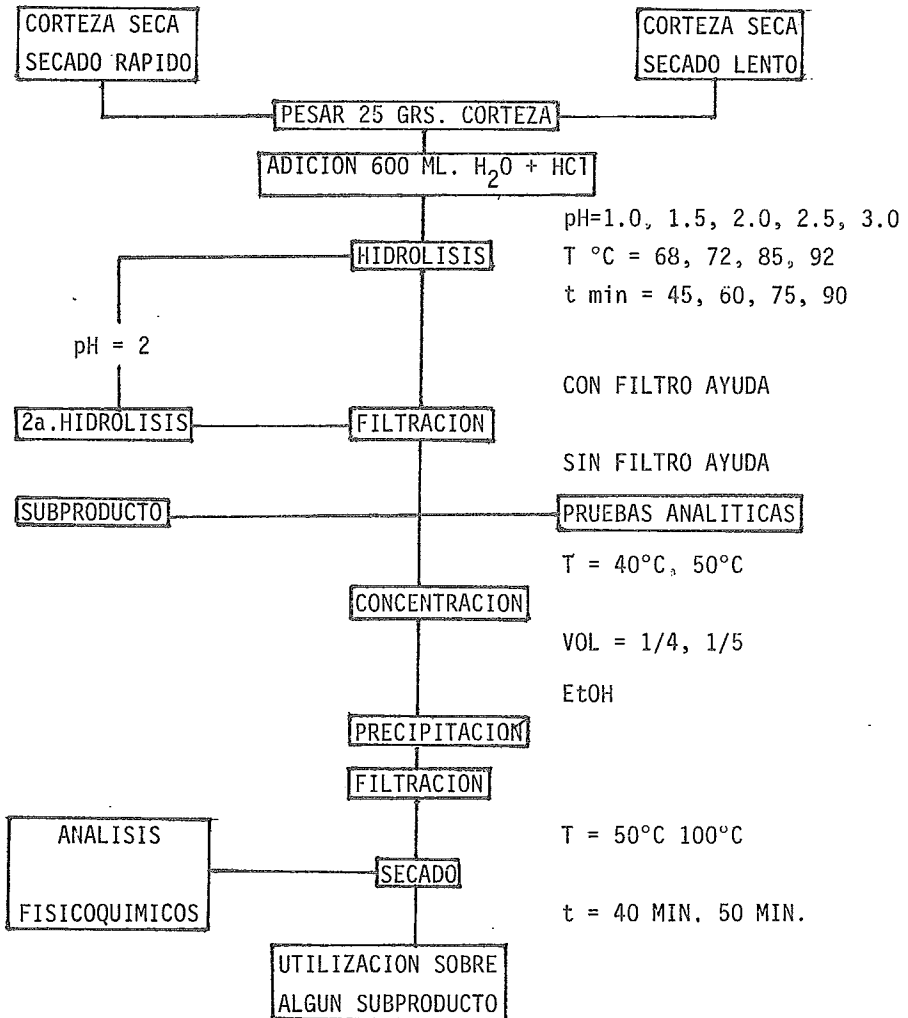
A continuación se separa la fase líquida a través de un filtro procurando eliminar todas las partículas sólidas. Esta fase líquida filtrada debe mantener un pH de 2.0 a 2.1.

La determinación del grado de gelificación USA-SAG de este extracto de pectina se realiza aplicando el método del Ridgelfmetro -- Exchange descrito por el IFT Committee (1959). Si se supone que el grado que se va a obtener está comprendido entre los valores de 60 y 75, se utilizan 420 grs. de extracto; si el grado está entre 75 y 85 se emplean 360 grs., y si se halla entre 85 y 95, se toman 320 grs. Para ajustar el pH del extracto de pectina a un valor comprendido entre 3.1 y 3.4 se le añade la cantidad apropiada de  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ . (29).

El grado de gelificación de la corteza seca se calcula según la siguiente fórmula:

$$\begin{aligned} \text{Grado de gelificación} &= \frac{782}{18} \times \text{grado del extracto} \\ \text{de pectina} &= \frac{782}{18} \times \frac{650}{\text{peso del extracto de pectina}} \\ &\times \text{factor de la firmeza del gel} \end{aligned}$$

## 5.5 DIAGRAMA DE BLOQUES SEGUIDO EN EL LABORATORIO



## C A P Í T U L O V I

### E S T U D I O D E I N G E N I E R I A

#### 6.1 OBJETIVO

En este capítulo ha de presentarse una forma general, tanto los diagramas de bloques, de flujo, la descripción del proceso y descripción del equipo para la obtención de la pectina.

Nos limitaremos únicamente a lo anterior sin dar condiciones, ya que el trabajo que se realizó fue a nivel de laboratorio, ya que para poder realizar un estudio de ingeniería hubiéramos necesitado contar con un laboratorio a nivel de planta piloto. Pero se siente la necesidad de hacer este capítulo para ampliar este trabajo y dejar algunas bases asentadas para un posterior estudio de este tipo.

Las condiciones y resultados que se expresarán en un capítulo posterior, serán como se ha venido mencionando a nivel de laboratorio, ya que no se pueden extrapolar estos resultados a nivel indus--

trial ya que los rendimientos bajan mucho.

Aunque el proceso que se describirá se cree que es bueno, se necesitará de un estudio a este nivel.

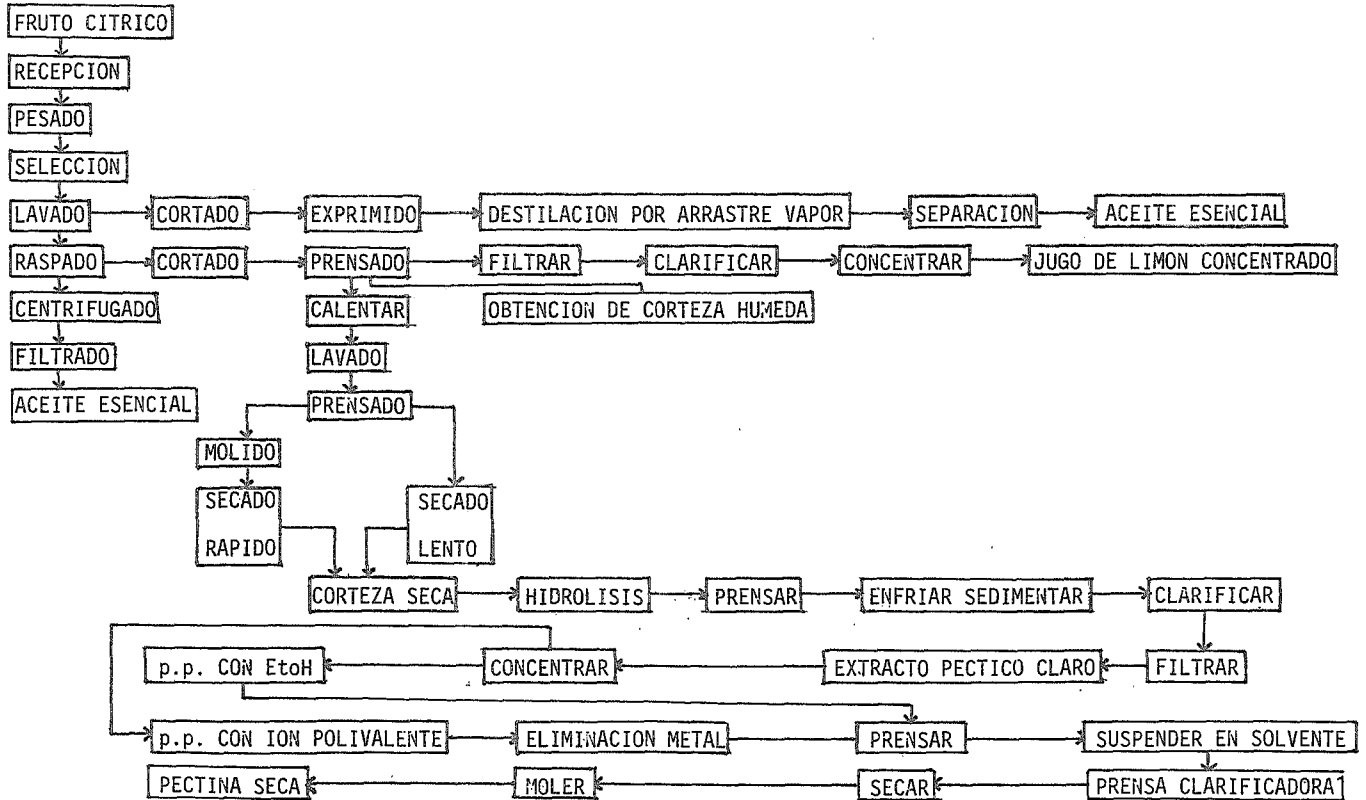
## 6.2 INTRODUCCION

El proceso que se utilizará y se describirá será un proceso de tipo bache, ya que con las bases teóricas que se reúnen son las que cumplen con las necesidades de la descripción de este tipo de proceso.

Este proceso además, nos permite una evaluación rápida de los costos del equipo necesario para la producción de pectina, obteniéndose así un dato que aunado al costo de la materia prima, de la recuperación de la inversión inicial así como el costo de la mano de obra, se permite obtener un costo real del producto final. Además de servicios de planta, servicios de equipo, servicios de agua, servicios de energía, servicios de administración, etc. Pero como anteriormente se dijo nos limitaremos a la descripción del proceso, sin tomar en cuenta todos estos factores ya que no fue el objetivo principal de este trabajo.

El proceso que se va a describir, se puede simplificar por medio de un diagrama de bloques el cual nos indicará los pasos necesarios para la industrialización de la corteza seca del limón para la extracción de pectina.

DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA INDUSTRIALIZACION DEL LIMON



El diagrama de bloques de este proceso presentado anteriormente, está completo, pues se parte de la fruta del limonero hasta la obtención de la pectina cítrica, dando una idea general acerca de la completa industrialización del fruto del limonero.

Dadas las características de este trabajo y proceso, sólo se va a partir desde la obtención de la cáscara seca para la obtención de la pectina, por lo que se simplificará considerablemente el diagrama de bloques anterior.

Como se puede observar dentro de este diagrama, la industrialización del limón tiene varios productos fundamentales, siendo por esto un fruto cuya industrialización es conveniente tanto para los industriales como para el país.

Al eliminar la primera parte de la industrialización del limón no se tomará en cuenta para la descripción del equipo los siguientes productos:

Aceite esencial de limón obtenido por centrifugación.

Aceite esencial de limón obtenido por destilación.

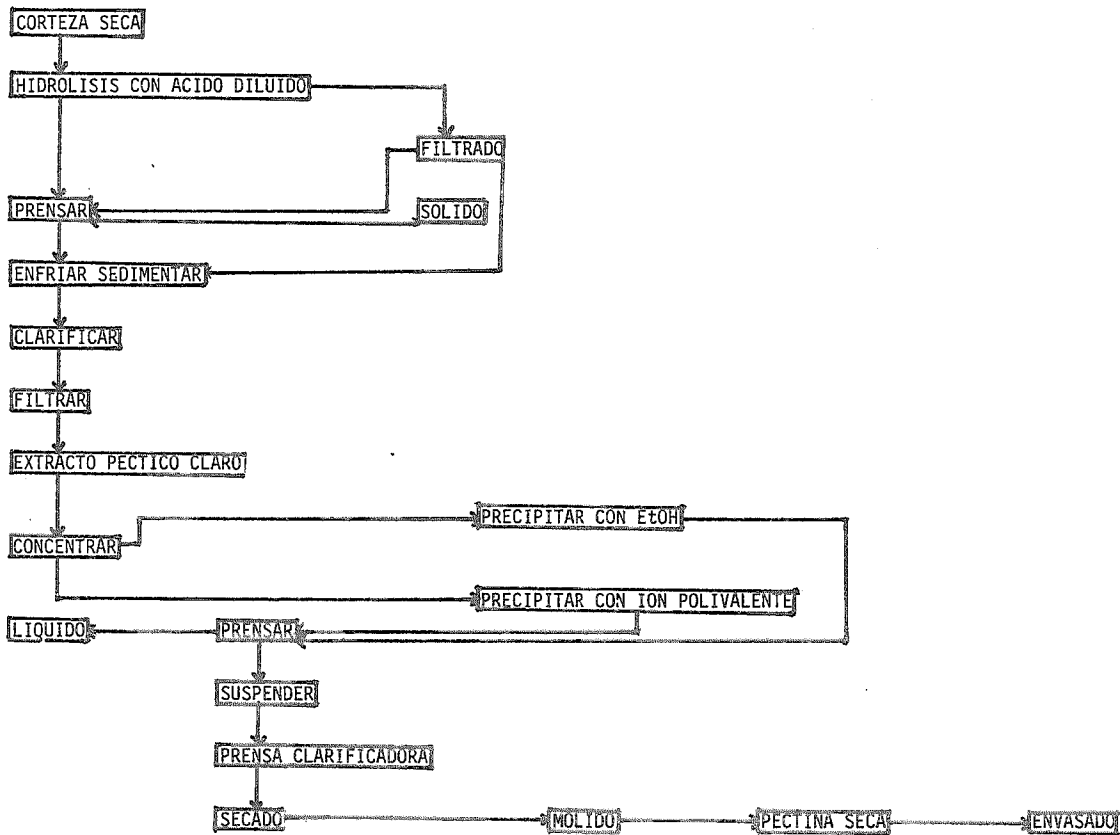
Jugo de limón concentrado.

Corteza húmeda para la obtención de pectina.

Por lo tanto la descripción del equipo queda solamente reducida a la obtención de pectina cítrica a partir de la corteza seca de limón. Por lo que el diagrama de bloques se ve grandemente reducido. Y se presentará dicho diagrama a lo que se va a describir del proceso.



DIAGRAMA DE BLOQUES PARA LA OBTENCION DE PECTINA CITRICA PARTIENDO  
DE CORTEZA SECA DEL LIMON





### 6.3 DESCRIPCION DEL PROCESO

El proceso principia en la recepción de la materia prima, la cual es depositada en un transporte de bandas, previamente ya pesada, en seguida pasaría a una tolva (donde se haría el vaciado de los sacos, y serviría como un almacenador de la materia prima). De aquí pasaría por medio de un transporte de gusanos el cual conduce la corteza del limón hasta un elevador de canjilones el cual va a dar directamente hacia una báscula, y aquí es donde propiamente el proceso de la extracción de la pectina se inicia, siguiendo los pasos de hidrólisis, filtración, concentración, precipitación, secado, molienda y trituración y envasado.

Desde luego antes de comenzar con la hidrólisis, necesitamos contar con un laboratorio químico para la recepción y selección del material, mediante pruebas de control de calidad, donde se verificaría principalmente humedad, color, cenizas, y pruebas de gelificación en la corteza seca.

El principio de este proceso comienza con una hidrólisis, que será del tipo de hidrólisis ácida en la cual se pueden utilizar, ácido clorohídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico y ácidos orgánicos.

La utilización de ácido clorohídrico es muy conveniente por su gran poder hidrolizante pues comparándolo bajo las mismas circunstancias que los otros ácidos tiene mayor poder de hidrólisis. Como desventaja de este ácido es la eliminación de los residuos que quedan después de la hidrólisis, pues las normas no permiten que el

agua de desperdicios lleve más de una determinada parte de ácido.

La neutralización de este ácido con una base fuerte permite bajar considerablemente el nivel de acidez del agua, pero a la vez se arrojan al drenaje desperdicios clorados.

La utilización de ácido nítrico es conveniente, porque su poder hidrolizante es alto y permite la rápida eliminación de la acidez del agua de deshecho como nitratos, los cuales pueden ser los indicados por diversar bacterias no contaminando el medio ni permitiendo un desequilibrio ecológico dentro del medio.

La utilización de ácido sulfúrico tiene la desventaja de que su poder hidrolizante es poco menor que los otros dos ácidos, su eliminación sería factible en forma de fosfatos.

Y se tiene como alternativa la utilización de ácido orgánico pero su alto costo y su bajo poder hidrolizante en comparación con los ácidos minerales no permiten su utilización dentro de la industria.

La corteza seca del limón se mete a hidrolizar en un tanque de hidrólisis, el cual debe tener la capacidad necesaria para el nivel y necesidad de producción. Esta operación deberá estar controlada con temperatura y presión, con lo que se obtiene una disminución efectiva sobre el tiempo de hidrólisis, las condiciones de temperatura y presión se van a obtener directamente sobre el tanque de hidrólisis con chaqueta.

El paso siguiente viene dado por una filtración después de hidrolizado el producto, donde se debe separar la parte líquida que

contiene la pectina de la parte sólida. Esto se separará primeramente mediante un separador vibratorio, y pasado inmediatamente a una prensa continua la cual permite separar rápidamente la fase líquida de la fase sólida con un buen rendimiento. Aquí la fase sólida será transportada nuevamente a modo de recirculación al tanque de hidrólisis donde se le hará una segunda hidrólisis y seguirá el mismo proceso de filtración. Juntos los dos extractos filtrados clorificados pasarán a través de una tubería al siguiente paso.

El paso inmediato es el de la concentración de la solución de pectina clara, que se tiene que realizar dentro del margen de una  $1/4$  a una  $1/5$  parte del volumen original, y se tiene como preferencia la utilización de un evaporador de doble efecto. El extracto claro de pectina será conducido hacia el evaporador a través de una tubería y una bomba de lóbulos, pasando antes por un filtro centrífugo de tipo desenlodador para quitar impurezas y para proteger la bomba de lóbulos. Después de concentrado el extracto de pectina pasará a través de un filtro largo colocado sobre la tubería de descarga del evaporador de doble efecto. De aquí pasará a la precipitación que es el siguiente paso.

En este siguiente paso de precipitación, donde el líquido concentrado es pasado por medio de tuberías y una bomba de émbolos de efecto recíprocante hacia un tanque de almacenamiento, donde sería uno de los baches dentro de este proceso. Y a otro de precipitación donde se le adicionará alcohol para la precipitación de la pectina. La adición de alcohol se debe a la baja solubilidad de las sustan--

cias pécticas dentro de este solvente, por lo que es muy conveniente su utilización.

Ya precipitada la pectina pasaría al paso inmediato que sería el de separar las dos fases.

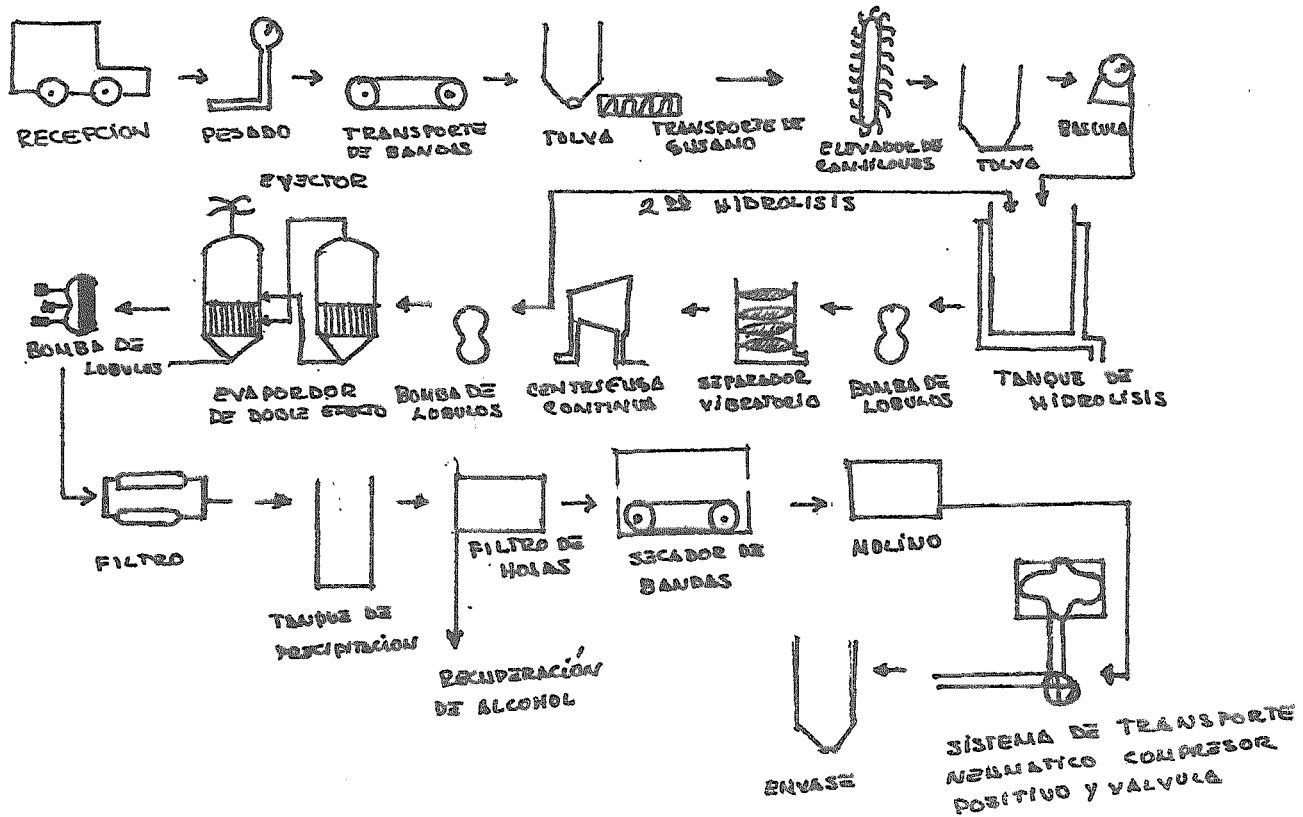
El tanque de precipitación se descarga sobre un filtro de hojas con el propósito de separar las fases, ya obtenida la pectina se pasa a un secador de bandas, donde es otro bache del proceso. Y el alcohol se bombeará por una tubería a modo de recirculación para utilizarlo nuevamente dentro del proceso de la precipitación, después de llevar a cabo este proceso de recirculación por 3 ó 4 ocasiones se pasa a través de una torre de destilación.

Y aquí pasaríamos a uno de los últimos pasos dentro de este proceso. Ya que la pectina obtenida hasta este paso es una pectina en rocas, por lo que un molino de tipo continuo tipo rodillos es muy conveniente para obtener un tamaño de partícula adecuado, se podría utilizar también un molino de bolas.

Una vez secada y molida la pectina es necesario envasarlas en recipientes adecuados para la presentación que se le quiera dar en el mercado, ya sea en cuñetes de grandes dimensiones, en tambores, o en frascos de pequeñas cantidades adaptándose así a las necesidades de cualquier tipo de consumidor y las necesidades del mercado.

Este es el proceso a grandes rasgos, de la obtención de la pectina por lo que en lo subsiguiente se procederá a la descripción del equipo, mencionando sus características y funcionamiento de cada uno de ellos.

# DIAGRAMA DE FLUJO



#### 6.4 DESCRIPCION DEL EQUIPO

El equipo necesario dentro de una planta está compuesto por la siguiente maquinaria:

Báscula de Piso

Transporte de Bandas

Tolva de vaciado de sacos

Transporte de Gusano

Elevador de Canjilones

Tolva automática

Tanque de Hidrólisis de chaqueta

Separador Vibratorio

Centrífuga continua

Bomba de Lóbulos

Evaporador de doble efecto

Filtro de cartucho colocado sobre la tubería de descarga del evaporador

Bomba de pistón

Tanque de almacenamiento

Tanque de Precipitación

Filtro de Hojas

Secador de Bandas

Molino de tipo continuo tipo rodillos o de martillos

Tolva automática para almacenamiento

### BASCULA

Es una báscula de tipo de inclinación con una capacidad determinada para saber la cantidad de corteza seca de limón que se tiene por diferencia del peso del camión inicialmente y el peso final del camión después de ser descargado.

### TRANSPORTE DE BANDAS

Este tipo de transporte permite el movimiento rápido de los -- sacos en los cuales se tiene la corteza seca, no dañándolo para evitar que se rompan y se tenga pérdidas.

### TOLVA DE VACIADO DE SACOS

La tolva tiene la característica de tener en la parte inferior un gusano transportador, el cual lo comunica directamente con el -- elevador de canjilones. Deberá ser de acero inoxidable con una capacidad necesaria para soportar una carga determinada, teniendo en la parte superior una rejilla de acero suficientemente fuerte para soportar la carga. Esta rejilla permite el paso de la corteza seca pero no de los sacos en los que se encuentra la corteza, separándola de las piedras de tamaño grande, y de otras impurezas como madera, pedazos de metal que son indeseables.

### TRANSPORTE DE GUSANO

Este tipo de transporte permite la variación de capacidad de -- la materia de acuerdo a la velocidad en que éste dé revoluciones. -



Está compuesto por un gusano sin fin con coraza, movido por un motor con variador de velocidad.

#### ELEVADOR DE CANJILONES

El elevador de canjilones permite ascender el producto de una forma rápida hacia la báscula, siendo su efectividad mayor que otro tipo de elevadores.

#### TOLVA AUTOMATICA

Esta tolva permite pesar el producto que se va a introducir en el tanque de hidrólisis, siendo de tipo de inclinación con un registrador de pesos que permite llevar el control efectivo sobre la cantidad de producto que se va a introducir directamente sobre el tanque de hidrólisis.

#### TANQUE DE HIDROLISIS

El tanque de hidrólisis tiene una capacidad de diez metros cúbicos, está construido de acero inoxidable, envuelto en una chaqueta que permita el flujo de vapor, con una tapa desmontable.

El tanque debe tener un termopar que indique la temperatura adentro del tanque que controlará la entrada de vapor directamente automáticamente.

El termopar está conectado directamente a un registrador tipo gráfica, que permitirá llevar un mejor control de la temperatura a la cual se está trabajando, manteniendo así unas condiciones de operación constantes.

### SEPARADOR VIBRATORIO

Está compuesto por un tamiz inclinado que permite un flujo continuo del material que sale del tanque de hidrólisis y permite la mayor separación de los sólidos y los líquidos.

Los líquidos recuperados por este método, serán mezclados posteriormente con los obtenidos por la prensa vertical continua, obteniendo así la mayor recuperación de los sólidos de pectina disueltos.

Los sólidos que se obtengan después del tamizado pasarán a la centrifuga continua en el cual se estrujarán para obtener la mayor parte del líquido recuperable.

### CENTRIFUGA CONTINUA

Esta máquina está compuesta principalmente por un rotor en forma de cono truncado y un transportador de tornillo interno para los sólidos, que se ajusta cerradamente con el cono del rotor. Estas partes giran juntas, sin embargo, el transportador de tornillo gira en una proporción uno o dos r.p.m., abajo de la velocidad de rotación del rotor. Al iniciarse la operación, la alimentación se admite a través del tornillo central y entra al rotor aproximadamente a la mitad del lado del cono. La acción centrífuga fuerza, tanto a la fase líquida como a la fase sólida hacia las paredes del cono y hacia abajo y hasta su extremo mayor. Los sólidos, siendo más densos, se concentran sobre las paredes del cono y a lo largo del fondo del líquido estancado en el rotor, por la posición de la descarga del filtrado. El transportador de sólidos, tiene una rotación neta ha -

cia el extremo menor del rotor y raspa los sólidos de las paredes del cono llevándolos hacia el extremo menor. Conforme se mueven los sólidos en esta dirección reciben un lavado de agua fresca, que entra en la misma forma en que se introdujera la alimentación. Finalmente se descargan en el extremo menor del rotor cónico.

Estas prensas están fabricadas con diámetros máximos del rotor que varían entre 4 y 54 pulgadas. Esta máquina es deseable en esta operación ya que puede trabajar con partículas pequeñas y la fase líquida muy viscosa. Esta máquina puede operar como clasificadora, que sería en este caso. Regresando estas partículas de sólido, mientras que el filtrado con las partículas finas sigue su camino para los procesos subsecuentes.

### BOMBA DE LOBULOS

Esta bomba pertenece al grupo de bombas de desplazamiento positivo del tipo rotatorio. Esta clase de bombas puede ser caracterizada por el método de toma y descarga del fluido. Al contrario de las bombas reciprocantes, que dependen de válvulas de retén para controlar la carga y la descarga, una bomba rotatoria atrapa una cantidad de líquido y lo mueve hasta el punto de descarga.

Las bombas rotatorias pueden manejar casi cualquier tipo de líquido libre de abrasivos y son especialmente indicadas para fluidos de alta viscosidad.

Este tipo de bombas es similar a la bomba de engrane excepto que los engranes son reemplazados con rotores que tienen dos o más lóbulos. Ambos rotores están accionados externamente.

### EVAPORADOR DE DOBLE EFECTO

Generalmente en las operaciones de evaporación, el costo más importante del proceso es el de energía y un método que tiende a reducir este consumo es el múltiple efecto.

Un sistema de doble efecto consiste en dos evaporadores sencillos llamados cuerpos o efectos, conectados de modo que el vapor generado en un cuerpo sirve como medio de calentamiento para el otro cuerpo.

El proceso de la concentración de una solución consiste en la evaporación del solvente. El proceso de concentración se detiene normalmente, antes de que la solución empiece a precipitarse.

En cualquier operación de evaporación, el costo más importante del proceso es el vapor de agua contenido. Por lo tanto los métodos que tienden a reducir este consumo son muy atractivos.

El más común de los métodos actualmente disponibles es el empleo del vapor generado en el primer evaporador como el fluido del calentamiento para el segundo evaporador. En forma ideal, este método debería producir casi dos libras de vapor por cada libra de vapor de agua consumida. El método es viable si el segundo evaporador se opera a una presión inferior a la primera, así que se obtenga un valor positivo de la diferencia de temperaturas a través de la superficie de la caja de vapor del segundo evaporador.

### FILTRO DE CARTUCHO COLOCADO SOBRE LA TUBERIA DE DESCARGA DEL EVAPORADOR

Este filtro será colocado sobre la tubería de descarga del evaporador con el fin de proteger la bomba de émbolo ya que debe pasar perfectamente cristalina y sin abrasivos, para la protección de la bomba, la solución concentrada de pectina para su posterior precipitación. Este filtro debe ser de acero inoxidable sinterizado con un número de 20 perforaciones por pulgada cuadrada, con el diámetro de la tubería señalada y una longitud aproximadamente de 30 cms.

#### BOMBA DE PISTON

Este tipo de bombas de desplazamiento positivo adiciona energía al sistema fluido confinado. Los principios de la dinámica de los fluidos, presentan poca importancia en este tipo de bombas, puesto que el flujo del fluido puede ser determinado por la geometría de la bomba. El émbolo puede ser accionado ya sea por una máquina de vapor o por un motor eléctrico. Por cada carrera del émbolo, la bomba descarga una cantidad fija del fluido. La cantidad del fluido dependerá solamente del volumen del cilindro. La descarga real puede ser menor del volumen de carrera del cilindro, ya sea por fugas a través del pistón o porque éste no se llene completamente. Por consiguiente, la eficiencia volumétrica puede ser definida como la relación entre la descarga real y la descarga basada en el desplazamiento o del émbolo. La eficiencia para las bombas con un buen mantenimiento, debe ser cuando menos 95%.

En este caso usaremos una bomba de émbolo duplex, ya que las pulsaciones pueden ser disminuídas. Una bomba de doble acción apro

vecha el volumen del cilindro en ambos lados del émbolo, entregando aproximadamente la misma descarga para las carreras hacia atrás y hacia adelante del émbolo.

Las bombas reciprocantes son particularmente útiles para bombear fluídos viscosos, debido a que la alta proporción de esfuerzo cortante que actúa sobre las paredes del cilindro sirve como empaque adicional.

#### TANQUE DE ALMACENAMIENTO

Este tanque de almacenamiento deberá tener las características de capacidad necesaria para almacenar la pectina líquida, y de un material inerte.

#### TANQUE DE PRECIPITACION

Este tanque de precipitación debe ser con las características de capacidad que se han venido mencionando. Debe de ser de acero inoxidable, con una tapa móvil la cual deberá tener entrada para adicionar el alcohol o la acetona en su caso, y en la parte de abajo deberá estar provista de una salida para el precipitado, la cual irá hacia un filtro de hojas y que deberá tener un sistema recirculatorio para el alcohol.

#### FILTRO DE HOJAS

En vista de que el sólido no fluye como los fluídos en las operaciones previamente discutidas, el equipo para la extracción sólido líquido es diferente del que se utiliza para la destilación, pa

ra la absorción o para la extracción líquido-líquido. En este caso consideramos que el equipo adecuado para la operación que se va a efectuar, ya que deben proveerse ciertos medios que permitan mover la fase sólida a contracorriente con el líquido; y por lo tanto nos inclinamos en la utilización del filtro de hojas rotatoria ya que proporciona un contacto de pasos íntimos entre el sólido finamente dividido y el solvente líquido. La carga del tanque de precipitación o sea la pectina precipitada se descarga en la parte superior, la cual está dando vuelta. Una vez que transcurre la primera rotación, la pectina es barrida hacia un orificio en la placa, la cual se realiza mediante una escrepa estacionaria, que la obliga a caer a la placa inferior, repitiéndose este proceso así sucesivamente.

Las unidades de este tipo se construyen generalmente con unas 20 placas espaciadas entre sí no más de 30 cms. Los sólidos toman generalmente entre 30 y 45 minutos para atravesarla. El diámetro de los filtros varía considerablemente desde 30 cms. hasta 2.25 mts.

En este punto del proceso consideramos también que se pudiera utilizar una bomba centrífuga.

#### TUNEL SECADOR DE BANDA

Este tipo de secador es el que se utilizará en este proceso, no es otra cosa que una banda móvil, la cual pasa a través de un túnel, colocado el material a secar sobre las bandas móviles distribuidas en ellas, pudiendo tener el fondo perforado con lo cual el aire circula a través del material.

Las condiciones de secado se controlan en forma sencilla y fá

cil. El flujo del aire se dirige en tal forma, que corra perpendicularmente al material colocado sobre la banda.

### MOLINO DE TIPO CONTINUO TIPO RODILLOS O MARTILLOS

Para la molienda de la pectina, después del secado para su presentación en el mercado y el envasado, se debe de moler ésta para homogenizarla, para esta operación utilizaremos este tipo de molino.

Esta operación de molienda puede constar básicamente de una serie de rodillos (cuatro) en los cuales en el primer par de los rodillos está más abierto que el último; y se van cerrando sucesivamente, ésto es con el fin de obtener una pectina completamente uniforme.

Los rodillos son acanalados los primeros y se van haciendo más chicas estas canales, las dimensiones son de 9 10 pulgadas de diámetro y 40 de longitud que pueden ser montados diagonal u horizontalmente y alineados paralelamente en toda su longitud. La abertura y separación entre las estrias de cada pareja de rodillos se puede variar con objeto de obtener la molienda y homogenización deseada, ambos rodillos giran en direcciones opuestas en forma que su superficie coinciden hacia adentro en la toma del material a moler, uno de los rodillos gira más aprisa que el otro, siendo esta diferencia de velocidad de 2,5:1.

La sección de cada estria tiene forma de V con un lado más corto y pendiente que el otro. Las estrias de los dos rodillos están dispuestas de tal forma que al trabajar se cruzan entre sí en ángulo doble que el de la espiral de un sólo rodillo. El rodillo más ra



pido se dice que está en posición aguda, cuando el ángulo más pendiente de la espiral entra en la zona de trabajos antes que el más tendido.

#### TOLVA AUTOMÁTICA PARA ALMACENAMIENTO

Esta tolva debe ser de las mismas características que la señalada ya anteriormente, pero con la diferencia de que ésta debe tener los aditamentos necesarios ya sea para llenar cuñetes de grandes dimensiones, bolsas de polietileno de diferentes capacidades que pueden ir desde 50, 25, 10, 5 y 1 Kgs. para distribuir a mayor o menor.

## C A P I T U L O V I I

### A P L I C A C I O N E S I N D U S T R I A L E S

#### 7.1 USOS GENERALES

Las pectinas obtenidas a partir de extractos vegetales o de mohos se utilizan en las industrias alimenticias para la clarificación de jugos de frutas, vinos, vinagres, jarabes y gelatinas que contienen sustancias pécticas en suspensión. El tratamiento de los jugos de frutas con pectinasa evita su gelificación en su base de concentración. La adición de pectinasas a frutas machacadas ayuda a la extracción del jugo y da vinos de fácil clarificación. La desesterificación parcial por medio de pectinesterasa para liberar pectinas modificadas que se alimentan lentamente, se emplea en la manufactura de gelatinas dulces de contenido azucarado elevado.

En la fabricación de mermelada, jaleas, y ates hay que destruir la enzima en los frutos maduros, esta destrucción se hace me-

dante la inactivación de la enzima y ésto por medio del escaldado

Además se utiliza en la deshidratación de los tejidos de las plantas preparación de encurtidos fabricación del azúcar de remolacha y en el de la cerveza. El uso principal de las pectinas comerciales es todavía la fabricación de jaleas y conservas de frutas. Se calcula que 75% de la producción mundial de pectinas se emplean en ese fin. Las industrias de productos de frutas emplean pectina líquida y pectina en polvo, y algunas plantas fabrican su propia pectina para emplearla inmediatamente. Sin embargo, debido a la creciente especialización de la producción y del personal técnico va en aumento la tendencia a utilizar pectinas comerciales.

La ley requiere un elevado contenido de azúcar en dichos productos de frutas al rededor de 65%. Esta exigencia de azúcar es, en gran parte, herencia de los tiempos en que el azúcar se estimaba necesario para la conservación de dichos productos y su adecuada coagulación. Las pectinas de éster elevado son eminentemente apropiadas para artículos alimenticios, y hace tiempo que están en vigor las leyes que permiten su uso.

Sin embargo, con el mejor conocimiento de las pectinas de bajo éster, es dudosa la conveniencia de mantener esos elevados contenidos de frutas y de excluir los productos análogos en que dicho contenido es escaso. Entre otras aplicaciones de las pectinas comerciales en productos alimenticios:

Algunas de ellas se utilizan en las frutas congeladas para evitar el escape del líquido después de la descongelación, como auxi -

liares en la deshidratación de las frutas y de sus jugos, en la precipitación de la caseína de la leche, en la fabricación de productos de queso de textura blanda, en revestimientos de quesos, en la confección de pastillas de goma, en productos de pastelería (especialmente en las capas de azúcar batida con claras de huevo), como estabilizadores en los helados, como emulsivos en la mayonesa y como revestimientos protectores.

La pectina, también se usa en preparaciones farmacéuticas:

Entre ellas son las más importantes los preparados laxantes y las composiciones que dan forma a las heces. La pectina puede emplearse sola o en combinación con el agar, el caolín, etc., y es ingrediente de muchos preparados para la infancia. En la segunda Guerra Mundial, se empleó en el tratamiento de las heridas, como agente hemostático y sustitutivo del plasma sanguíneo.

La pectina es eficaz contraveneno en las intoxicaciones con metales pesados (mediante la formación de sales) y se usa en la formación de complejos que retrasan la acción de la insulina, penicilina, epinefrina, estreptomina, etc.

Se preparan también gran variedad de cosméticos con pectina; en la preparación de medios de cultivo bacteriológico se emplean varios tipos de pectina como medio de identificación de ciertos microorganismos y como sustitutos del agar cuando éste se haya escaso.

La pectinesterasa comercial se utiliza para la desesterificación parcial de las pectinas, de lo que resulta la prolongación del tiempo de coagulación de las jaleas hechas con ellas. Las pectina esterasa se emplea también en la preparación de pectinas de bajo éster.

Las pectinas de solución coloidal, contribuyen viscosidad a la pasta de tomate y estabilizan las partículas finas en el jugo de naranja, impidiendo que se separen. Y como se ha dicho las pectinas - son añadidas a los alimentos a fin de espesarlos o estabilizarlos.

El precio de la pectina se regula por su grado, aunque otras consideraciones, como la comodidad de su aplicación, contribuyen a la evaluación, y eso ocurre con la pectina en polvo y con los concentrados envasados para uso doméstico.

## 7.2 UTILIZACION DEL PRODUCTO Y DEL SUBPRODUCTO

En este punto del trabajo se abarcará como lo dice su título, la utilización de la pectina sobre algún producto alimenticio, y se mencionará una posible utilización de la corteza seca, después de su extracción de la pectina.

La pectina se utilizará en la formación de jalea

Uno de los factores cuya importancia para la fabricación de jalea que se conoce, es la necesidad de un mínimo de pectina, valor utilizado para definir la potencia de la pectina o grado de jalea. Por consiguiente, hoy se sabe la cantidad de pectina comercial que

ha de ser empleada para obtener un producto de firmeza normal.

La importancia de la acidez en la formación de jaleas solo es posible con pH inferior a 3.5, si se hace descender más el pH, aumenta la firmeza de la jalea obtenida con igual cantidad de pectinas, y la cantidad de pectina requerida para formar jalea de firmeza normal disminuye. Por debajo de un valor óptimo del pH, la firmeza de la jalea disminuye. En la fabricación de jaleas excesivamente ácidas, se produce la sineresis (exudación). La situación del pH óptimo depende de ciertos números de factores gran proporción de azúcar eleva el pH óptimo y baja concentración de pectina lo disminuye. El pH puede ser elevado hasta 4.5 mediante el empleo de sales amortiguadoras.

La cantidad de azúcar requerida para dar a la jalea la firmeza exigida depende de los caracteres de la pectina utilizada, más de 50% de azúcar suele ser necesario para la formación correcta de jaleas con pectinas de éster elevado. Cierta peso de pectina será capaz de formar jalea firme y satisfactoria con una cantidad dada de azúcar, si se usa más azúcar y menos pectina resultarán jaleas débiles. La excesiva cantidad de azúcar floculará la pectina de la solución. El preservativo poco puede alterar el contenido de azúcar de esos productos, ya que las jaleas y mermeladas han de tener no menos de 65-68% de sólido solubles, los de la fruta más el azúcar agregado.

En la producción comercial de mermeladas y jaleas se pone pectina, porque muchas frutas son deficientes en esta substancia en --

muchos casos, sin pectina agregada habría que usar una proporción - excesiva de frutas para suministrar la cantidad exigida de pectina, habría que concentrar excesivamente el producto mediante la cocción o el producto final carecería de la consistencia apropiada. Como en los tres casos habría desventaja para el fabricante y para los consumidores, se permite el empleo de pectinas en los productos y preparaciones de frutas.

En el otro aspecto a considerar dentro de este punto sobre la utilización del subproducto, tenemos que esté la corteza del limón ya extraída de las substancias péctias, después de que es sometida al proceso de hidrólisis se saca este producto y se seca esta cáscara, que se puede utilizar en la fabricación de mezclas alimenticias para los animales. A este subproducto fue sometido a pruebas bromatológicas y se encontró que su contenido de fibra cruda es alto por lo que se ha pensado utilizarlo como forraje o pienso para animales.

Dentro de otras de las posibilidades que se ha pensado utilizarlo es en el de alimentos balanceados, y ésta se ha contemplado mediante la posibilidad de una complementación o suplementación en combinación con el uso de cereales, alfalfa, harina de pescado, etc. Ya que por el alto contenido de su fibra cruda como ya se mencionó aunando a todo ésto que tiene cantidades de calcio.

Este tipo de alimento balanceado ya sea mediante la suplementación o complementación por sus características se ha pensado que sería bueno para ganado ovino o porcino para engorda.

## C A P I T U L O V I I I

### R E S U L T A D O S

En este capítulo presentaremos los resultados obtenidos en la obtención de pectina cítrica a partir de la cáscara del limón, presentando los resultados y condiciones de operación que se describieron en el capítulo V.

Con el propósito de aportar una información mas profunda sobre las condiciones de operación de la fabricación de pectina partiendo de la corteza seca del limón. Se hizo el estudio preparando diversas muestras en diferentes condiciones de operación, con el propósito de averiguar las mejores condiciones para mejoras de este proceso, teniendo en cuenta los factores de tiempo y economía.

Ante la posibilidad de que la fabricación de pectina en México sea de grandes dimensiones, se ha optimizado este proceso permitiendo de esta forma una mejor utilización de la corteza seca.



El fruto empleado es Lemon Citrus, variedad limón mexicano, - cultivado en la zona de Tecomán, Colima y procesado por la Planta del Fideicomiso del Limón.

Esta planta cuenta con la característica de que seca la corteza del limón por dos métodos diferentes, siendo la diferencia básica entre los dos métodos de secado la temperatura y el tiempo de exposición de la corteza al calor.

Los dos tipos de corteza fueron examinados, obteniéndose resultados diferentes, siendo en la mayoría de los casos parecidos, pero obteniendo al fin diferentes características de proceso. Las dos --cortezas son muy parecidas en su comportamiento químico, sin embargo en la industria la utilización de una de ellas es más conveniente.

Los resultados se van a colocar en forma de tablas, con sus --respectivas gráficas.

De los dos tipos de cáscara utilizada las llamaremos: la cáscara de secado lento se le llama corteza seca de secado lento -- -- -- (C.S.S.L.), mientras que la corteza que ha sido sometida a un proceso de secado rápido y altas temperaturas se le llama corteza seca --por secado rápido (C.S.S.R.).

En la tabla número uno, se encuentran las determinaciones analíticas hechas con sus resultados respectivos, mismos que fueron --efectuados en las muestras preparadas de corteza seca, y la pectina obtenida de cada una de ellas, efectuando la prueba de gelificación de la corteza seca, que nos dá una cantidad bastante aproximada del contenido de pectina en la cáscara, además de que esta prueba sirve

para encontrar un control de calidad de dicha cáscara.

TABLA NUMERO UNO

RESULTADOS DE LAS DETERMINACIONES HECHAS EN LA CORTEZA SECA DEL LIMÓN PARA LA OBTENCIÓN DE PECTINA CITRICA.

	C.S.S.L,	C.S.S.R.
HUMEDAD	12.02%	8.35%
CENIZAS	2.44%	2.16%
PROTEINAS	5.33%	5.54%
FIBRA CRUDA	37.92%	38.25%
GRASA	2.08%	2.06%
ACIDO CITRICO	2.46%	2.35%
CARBOHIDRATOS	37.75%	41.29%

Estos resultados nos indican una ligera variación de una cáscara respecto a la otra, y esto es debido básicamente a la diferencia del proceso a la cual son sometidas.

Para la utilización de la cáscara del limón es necesario conocer la cantidad aproximada de pectina que se va a extraer de dicha cáscara, ya que de esto depende el rendimiento de nuestra operación. Para esta determinación de la cantidad total de pectina aproximada, como ya se dijo, se utiliza el método de gelificación de la corteza seca, encontrándose los siguiente resultados

	BASE HUMEDA	BASE SECA
C.S.S.L.	27.35%	31.07%
C.S.S.R.	35.42%	38.69%

La diferencia existente entre la cantidad de pectina de una cáscara respecto a la otra, puede deberse básicamente a la facilidad de extracción de una corteza respecto a la otra, pues como se ha venido mencionando una cáscara es en forma granular, y la otra es triturada, y como se puede observar en la tabla número uno, el total de carbohidratos es muy semejante.

Una vez realizados y obtenidos estos resultados, se trabajará directamente sobre la optimización del proceso, para la optimización de este proceso, como se ha mencionado en el capítulo V, se tiene que ir desarrollando este proceso paso por paso, para ir encontrando las mejores condiciones de operación para poder llegar a la optimización de este proceso.

El primero de estos pasos, es el de la hidrólisis, ya que de esto dependerá en gran parte el éxito o fracaso de la obtención de pectina. Para obtener las mejores condiciones de operación de hidrolizado, se trabajaron con las variables de que se disponía; y éstas fueron:

Temperatura

Tiempo

pH

Para realizar y obtener, estos resultados se colocan dos valores de estas variables constantes, variando la otra variable independiente de las otras dos, y los resultados se obtienen midiendo - posteriormente la viscosidad del filtrado para determinar el punto óptimo. Para la determinación de esta viscosidad se midió el tiempo de flujo en una pipeta de 5 ml.

#### EFFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA VISCOSIDAD DEL FILTRADO

Colocando las dos variables de tiempo y pH fijos, se hace variar la temperatura de la solución, con lo cual se obtiene una gráfica explicativa del comportamiento de la solución.

Tiempo	45 min.
Acidez	pH 2 acidez 1.98 grs/lt de ácido clorhídrico

#### TIEMPO DE FLUJO DE LA SOLUCION

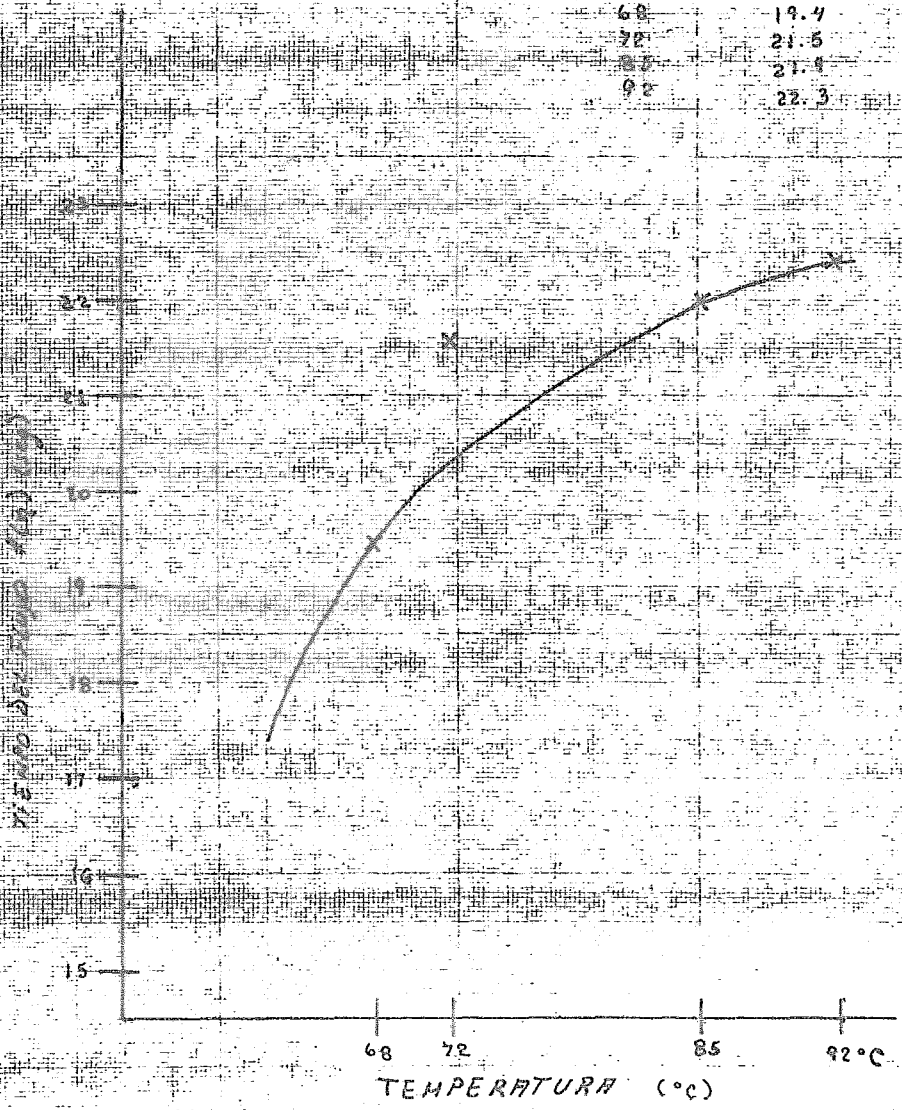
C.S.S.L.	C.S.S.R.	TEMPERATURA. (°C)
16.3	19.4	68
18.5	21.5	72
18.8	21.9	85
19.0	22.3	92

A continuación se presentarán las gráficas explicativas de cada una de las cáscaras, según se presenta en la tabla anterior.

El resultado de estas gráficas, y la interpretación que se les da nos indica que la temperatura adecuada para la hidrólisis de la cáscara es entre 85 .. 95°C temperatura a la cual se obtienen los mejores resultados para la obtención de la pectina.

EFEECTO DE LA TEMPERATURA EN LA VISCOSIDAD DEL FILTRO DO  
(C.S.S.R.)

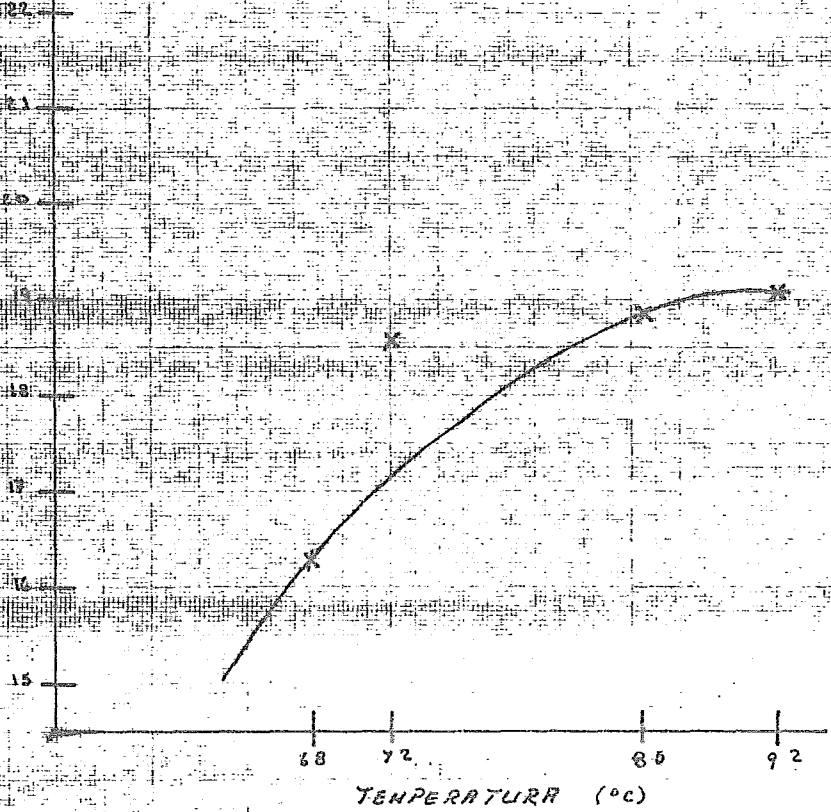
T (°C)	f (n)	t (seg)
68		19.4
72		21.5
85		21.9
92		22.3



## EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA VISCOSIDAD DEL FILTRADO

(C. S. S. L)	t(°C)	t(seg) P(n)
	68	16.3
	72	18.5
	80	18.8
	92	19.0

TUBO DE FUSO (20x100)



## EFFECTO DEL TIEMPO EN LA VISCOSIDAD DEL FILTRADO

Una vez determinada la temperatura, el siguiente paso es la de terminación del tiempo de hidrólisis, manteniendo las variables de pH y temperatura fijas. Dando el resultado de una gráfica explicativa del comportamiento del tiempo de hidrólisis, que nos permite considerar el punto óptimo para la hidrólisis adecuada.

Se determinó asimismo, por el mismo método de la velocidad del flujo en la pipeta que es indicativo de la eficiencia de la hidrólisis, pues a mayor tiempo de hidrólisis mayor viscosidad.

Los resultados obtenidos se encuentran en la siguiente etapa:

Temperatura 85°C

Acidez pH 1.98 grs/lt de ácido clorhídrico.

### TIEMPO DE FLUJO DE LA SOLUCION

C.S.S.L.	C.S.S.R.	TIEMPO DE HIDROLISIS
16.8	19.7	45 min.
18.2	21.9	60 min.
18.4	22.1	75 min.
18.4	22.2	90 min.



De la utilización de esta gráfica se determina, que el tiempo óptimo de trabajo para la hidrólisis de la cáscara seca de limón - se encuentra dentro del rango de 45-60 min.; por lo que observando la gráfica explicativa e interpretándola convenientemente se encuentra que el tiempo óptimo de trabajo es de 50 min.

A continuación se presentarán las gráficas correspondientes de cada una de las cáscaras, según se presentó en la tabla anterior.

Efecto del tiempo en la viscosidad del filtrado

(c.s.s.R)

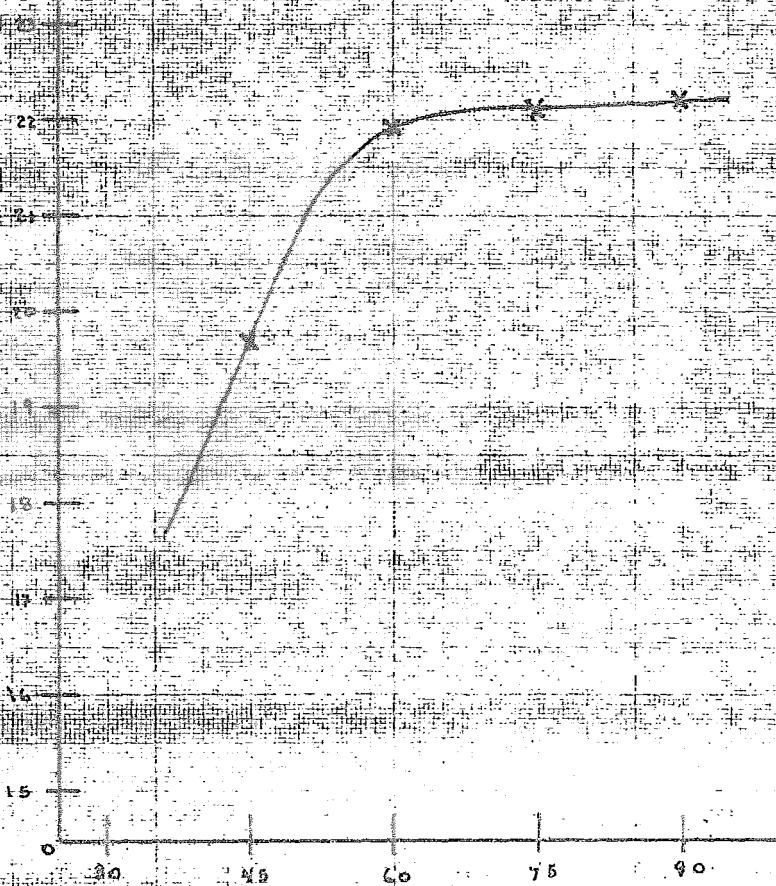
 $t$  (min) $\rho(\eta)$ 

45 19.7

60 21.9

75 22.1

90 22.2



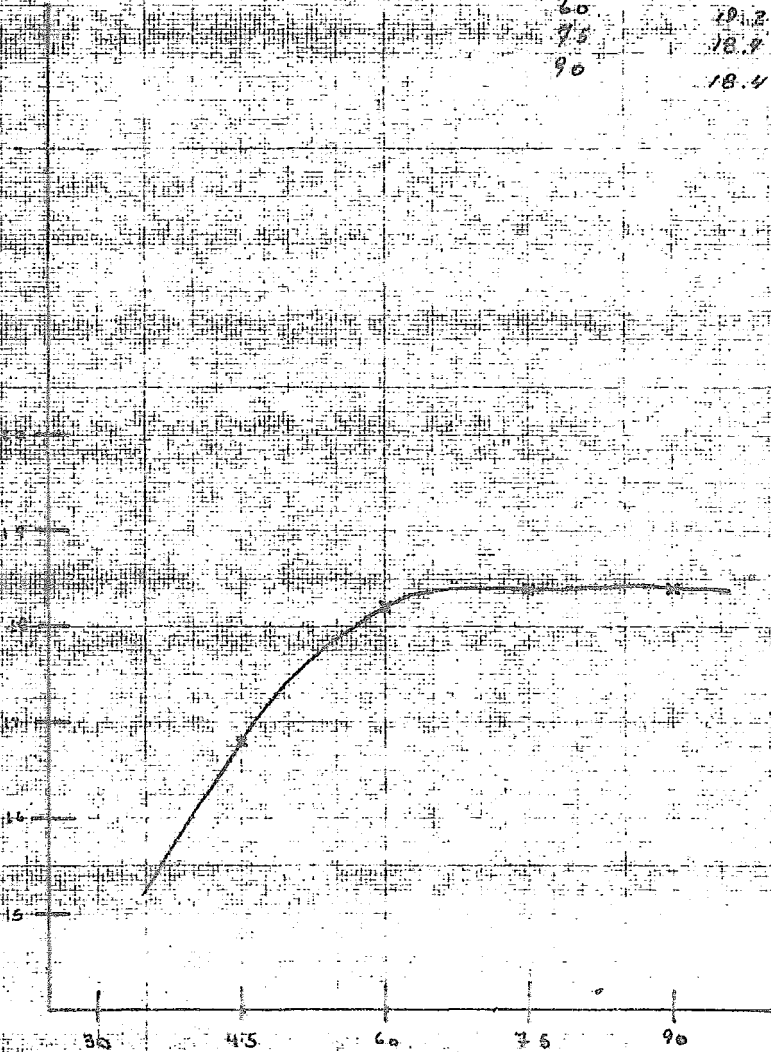
TIEMPO DE HIDROLISIS (min)

## EFECTO DEL TIEMPO EN LA VISCOSIDAD DEL FILTRADO.

(C.S.S.T.)

t (min)	$\eta$ (n)
45	16.8
60	18.2
75	18.7
90	18.4

Viscosidad (Centipoises)



## EFECTO DEL pH

La determinación de acidez necesaria para llevar a cabo una hidrólisis adecuada dentro de la solución, se determina fácilmente, pues se conocen las dos variables más importantes y se tienen sus valores adecuados.

Esta determinación, por lo dicho anteriormente, lleva implícita la utilización de los dos valores obtenidos anteriormente, con estas variables ya determinadas; quedando la tabla de resultados de la siguiente forma:

Temperatura	85°C
Tiempo	50 min.

TIEMPO DE FLUJO DE LA SOLUCION

C.S.S.R.	C.S,S.L.	pH
22.1	20,1	1
22,2	20.0	1,5
22	20,0	2
19.7	19,4	3
17.5	19,0	4

A continuación se presentarán las gráficas de cada una de las cáscaras según los resultados presentados en la tabla anterior.

La gráfica de la conclusión que a medida que la acidez aumenta hasta llegar a un punto fijo, la viscosidad del filtrado aumenta en razón directa, teniéndose en esa zona y manteniéndose en un nivel constante.

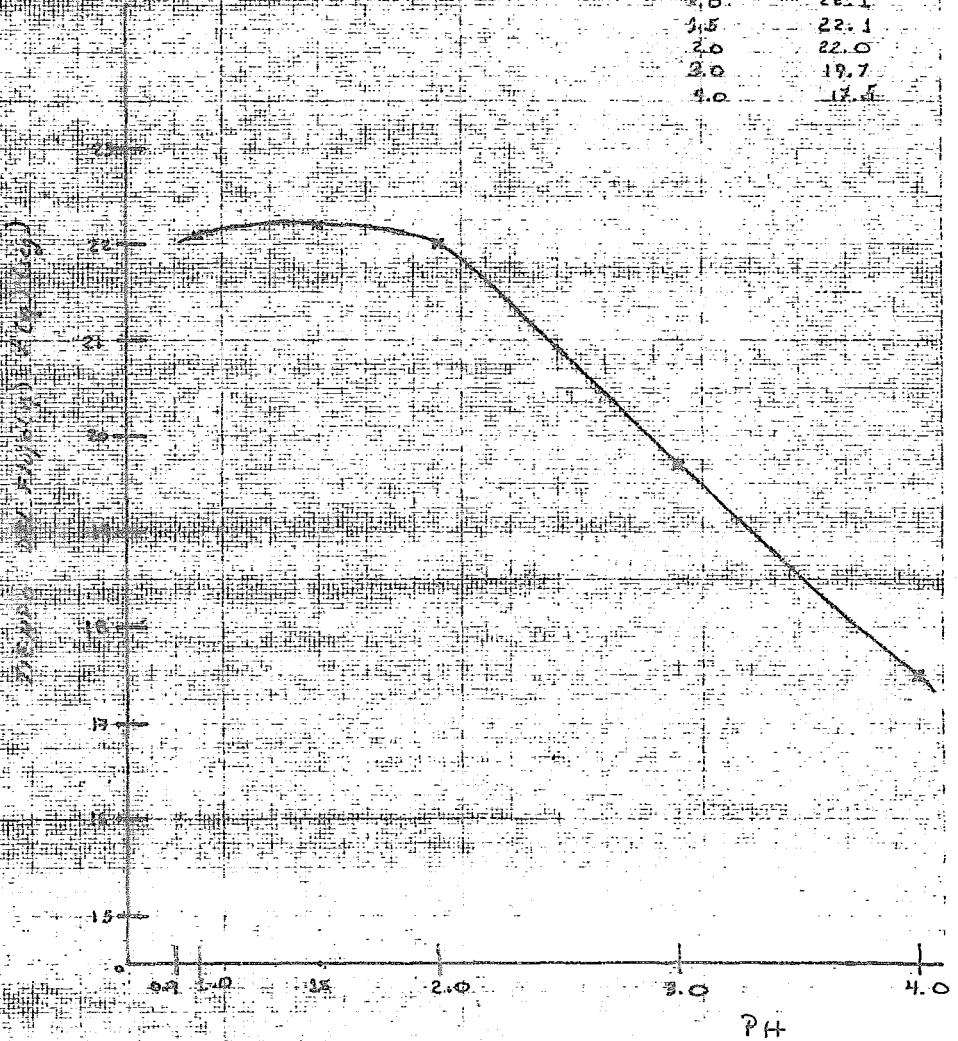
Observando los resultados se obtiene que la mayor hidrólisis se lleva a cabo en un pH muy bajos, que no son muy convenientes por que pueden dar otro tipo de reacciones, por lo tanto, el pH que recomendamos para la extracción de la pectina a partir de la corteza seca del limón es entre 2.0 - 2.2.

A continuación se presentan las gráficas,

## EFECTO DE LA VISCOSIDAD DEL FILTRADO SOBRE EL PH

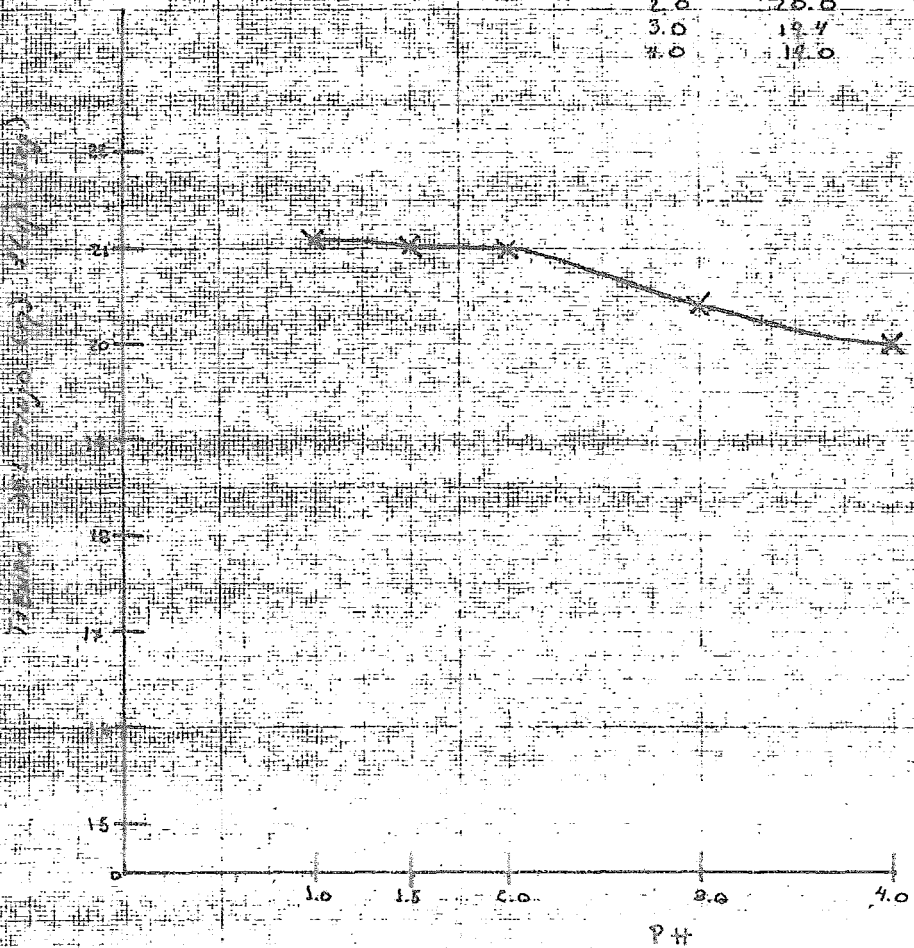
(C. S. S. R.)

PH	$\rho$ (g) / t.
1.0	22.1
1.5	22.1
2.0	22.0
3.0	19.7
4.0	17.5



## Efecto de la viscosidad del filtrado sobre el pH.

PH	$\eta$ (cP)
1.0	20.1
1.5	20.0
2.0	20.0
3.0	19.4
4.0	19.0



Una vez obtenidas las condiciones adecuadas de temperatura, tiempo y pH para lograr la mejor hidrólisis, se procede de inmediato a pasar el siguiente paso en la optimización del proceso de la obtención de pectina.

Este es el proceso de filtrado en el que se tiene dos variables sobre las cuales se puede trabajar concreta y directamente, estas dos variables son;

Con Filtro Ayuda

Sin Filtro Ayuda

Estas dos filtraciones se hacen con ayuda de vacío, el filtro de ayuda es en realidad tierras de diatomeas, ya que permiten en ciertos casos la separación rápida de la mezcla sólido líquido, para aumentar el área del filtrado, a continuación se representan los resultados en forma de cuadro;

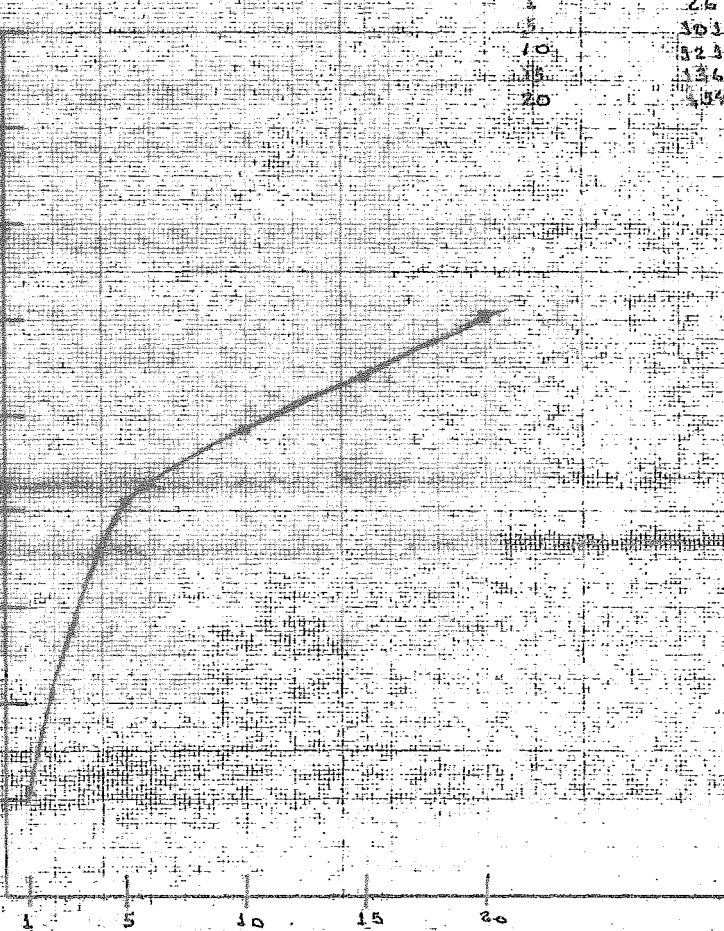
C.S,S,R,		(ml, de Filtrado)		C,S,S,L,		TIEMPO (min,)
C.F,A,	S.F,A,	C.F,A,	S.F,A,	C.F,A,	S.F,A,	
30	26	35	30			1
110	101	120	107			5
155	121	151	129			10
183	136	196	148			15
200	154	228	166			20

Las gráficas siguientes explican perfectamente el tiempo de filtrado contra los mililitros obtenidos de filtrado.



GRÁFICA DE FILTRACION (C.S. 2) SIN FILTRO AYUDA

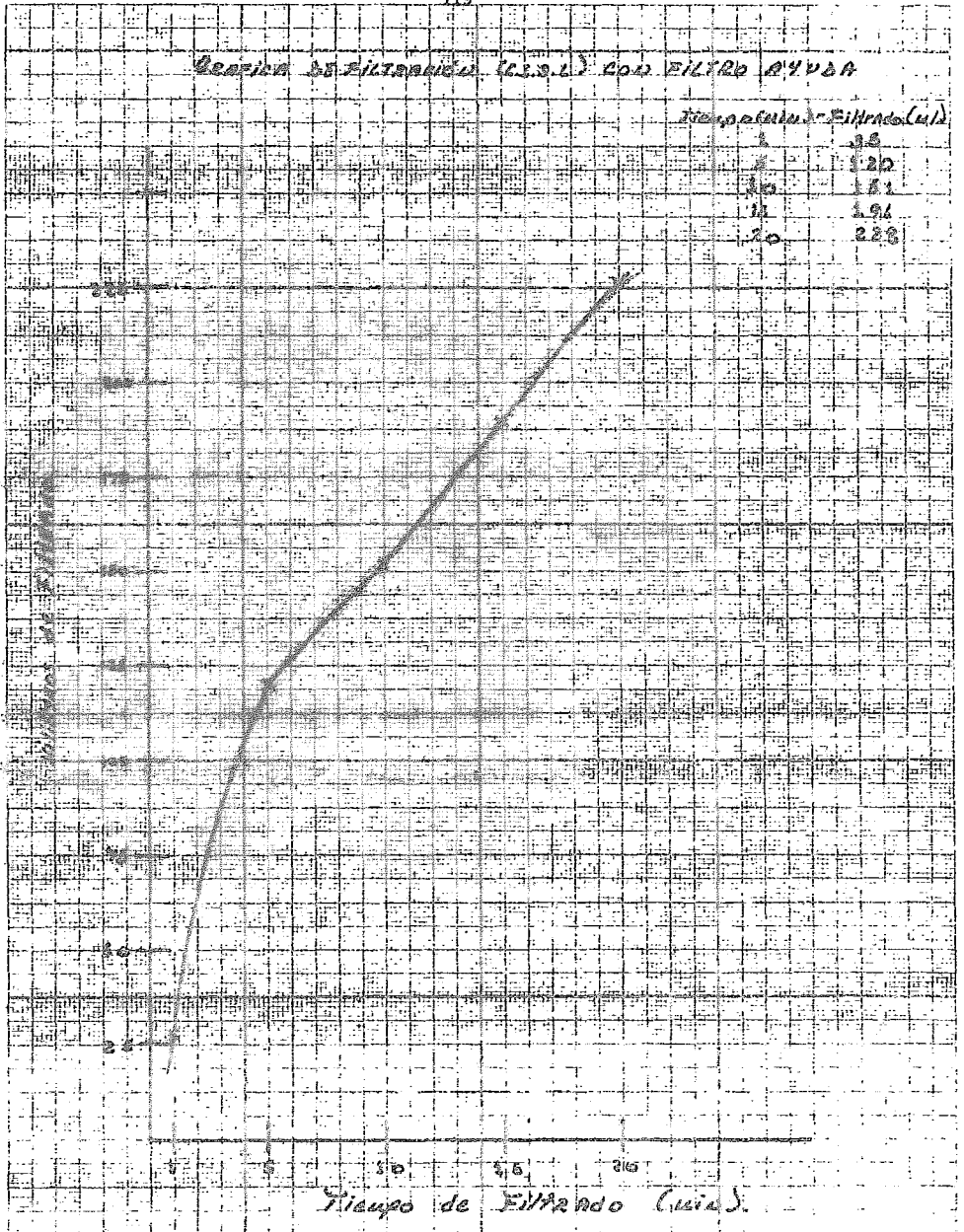
Tiempo (min)	Filtración (Litros)
3	2.6
5	30.3
10	32.3
15	33.6
20	34



TIEMPO DE FILTRADO (min)

## GRÁFICA DE FILTRACIÓN (C.S.U.) CON FILTRO AYVA

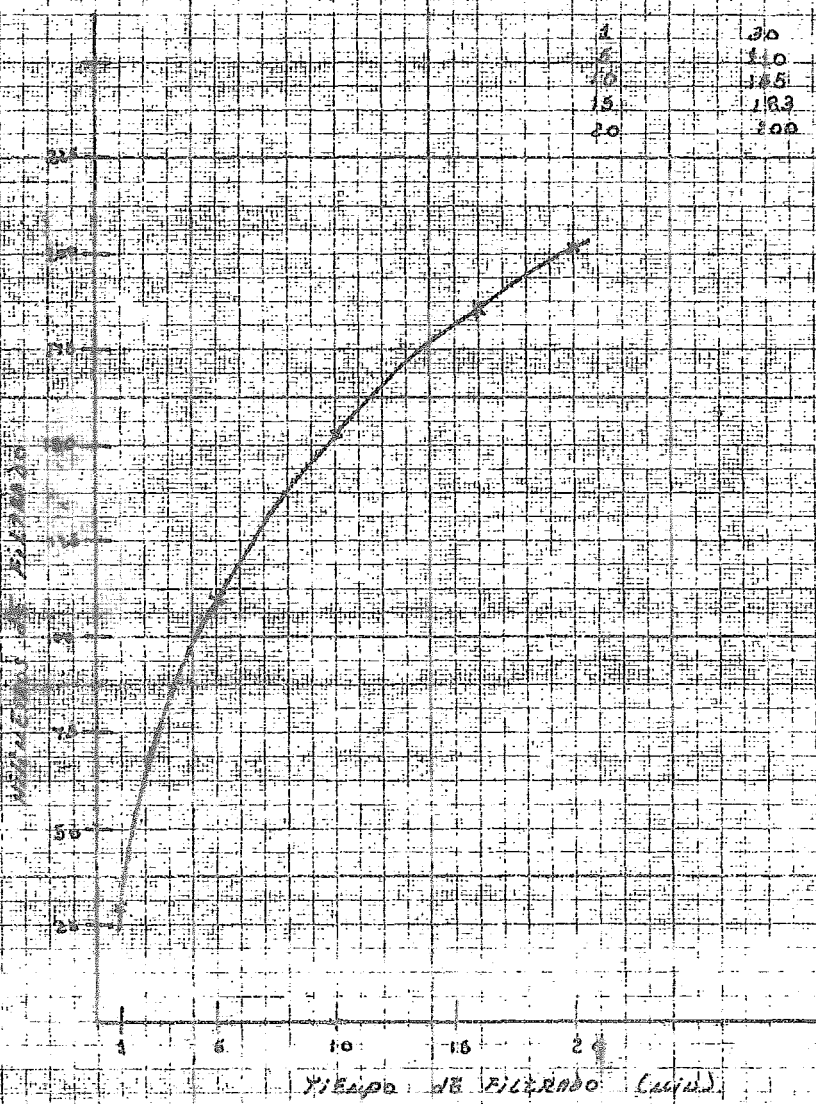
Tiempo (min)	Filtrado (lit)
5	25
10	20
15	15
20	10



GRÁFICA DE FILTRACION (E.S.S.P.) con Filtros rapidos.

Tiempo (min) Filtrado (Lit.)

1	30
5	110
10	185
15	233
20	280

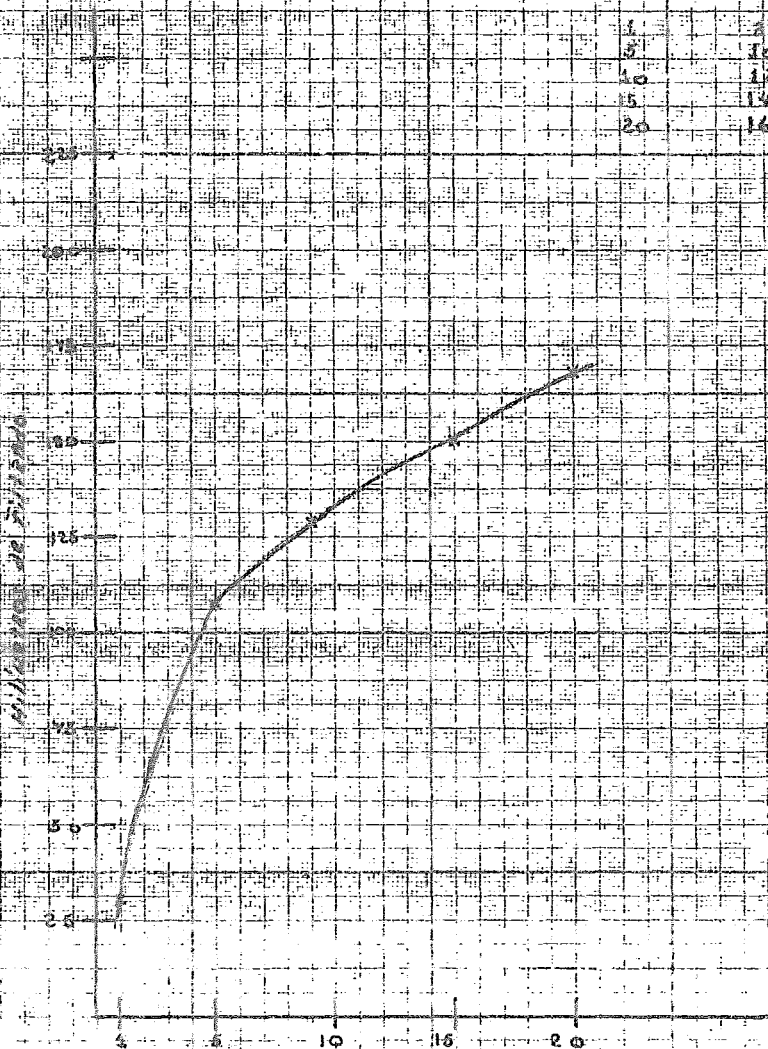


TIEMPO DE FILTRADO (min)

GRÁFICA DE FILTRACIÓN (C.S.S.) SIN FILTRO AYUDA.

Tiempo (min) Filtrado (ml)

1	20
5	107
10	129
15	148
20	166



Tiempo de Filtrado (min)

Como se puede observar en los resultados obtenidos en la filtración, se nota, que en la corteza seca de secado lento es mayor en ambos casos ya sea con filtro ayuda o sin éste, y es debido a que esta cáscara es triturada y dá una mayor superficie de filtración.

En la concentración se varió el volumen final de la solución, a dos diferentes concentraciones. La primera es a la cuarta parte del volumen original y la segunda a la quinta parte del volumen original y también a una sexta parte,

Para la concentración se utilizó un rotovapor a una temperatura de 40°C.

En los resultados finales obtenidos, sólo es observable que cuando se concentra a un volumen de la quinta parte, se utiliza un poco más de alcohol para la precipitación de la pectina. Sin embargo, es bueno notar que cuando la solución se concentra a la quinta parte del volumen su manejo es sencillo, pues cuando se concentra a la sexta parte del volumen, la viscosidad de la solución es muy alto dando con ésto un rendimiento menor y un manejo más difícil de la solución, operando también a una cuarta parte del volumen original pero ésto es antieconómico ya que se necesita una mayor cantidad de alcohol para la precipitación de la pectina.

El siguiente paso dentro de este proceso es el de la operación de secado, en la cual se variaron las temperaturas y tiempos de secado obteniéndose los siguientes resultados

Temperatura	50°C		
		Humedad de la Pectina	14,5%
Tiempo	50 min.		
Temperatura	100°C		
		Humedad de la Pectina	6,35%
Tiempo	40 min.		

Como se puede observar en base a la humedad de la pectina, el proceso de secado a 100°C y 40 min. es más conveniente, pues no deja totalmente seca la pectina, si no le deja una cierta cantidad de humedad que no permite que se desarrollen gérmenes de tipo patógeno dentro de ella, ni hongos permitiendo con ésto que se tenga un tiempo largo de almacenamiento, permitiendo con ésto contar siempre con un stock en el almacén de producto terminado.

Cuando se cambió el agente hidrolizante por una mezcla de HCl y  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  los resultados en cuanto a la cantidad de la pectina no varían, si no únicamente se obtuvo una mayor blancura en el producto terminado, obteniéndose con ésto una mejor presentación y mayor actividad.

De los resultados obtenidos de el grado de gelificación de la pectina USA-SAG índice de métoxilos y por ciento de ácido anhidro galacturónico se encontraron los siguientes.

El grado de gelificación se realizó como se indicó en el capítulo V y se encontró que fué:

GRADO DE GELIFICACION 80

El índice de metoxilos se realizó y se encontró que fué de:

INDICE DE METOXILOS 10%

La prueba del por ciento del ácido anhidro galacturónico no se pudo realizar en el laboratorio ya que no se encontró con el reactivo carbazol en el laboratorio y no se pudo conseguir por su alto costo.

#### CUADRO GENERAL DE RESULTADOS.

Habiendo seguido el diagrama de trabajo que se trazó en el capítulo V, y habiendo expresado los resultados a que se llegaron a continuación citaremos las condiciones más óptimas que consideramos

Para la Hidrólisis se encontró que:

Temperatura	85 - 95°C
Tiempo	45 - 60 min.
Tiempo Optimo	50 min.
pH	2.1 - 2.2

El filtrado se debe realizar con filtro ayuda ya que dá una mayor economía de trabajo y tiempo durante el proceso.

La concentración se debe realizar a una quinta parte del volumen original por su mejor manejo y economía.

El secado se encontró que sus condiciones óptimas son de 100°C y 40 min.

De los dos tipos de cáscara utilizada ya sea la cáscara de secado lento o la de secado rápido se considera que la mas apropiada para utilizar en este caso por los resultados obtenidos es la cáscara de secado rápido.

El rendimiento puede variar de acuerdo al grado de gelificación que se tenga obteniéndose en este caso un rendimiento que va desde el 32 al 35%.



## C O N C L U S I O N E S

Al término de este trabajo se sacan las conclusiones y posibles puntos a investigarse en un futuro,

PRIMERA.- Se realizaron todos los objetivos que se propusieron y abre nuevos horizontes para futuras investigaciones que se quieran realizar sobre este tema,

SEGUNDA.- Se menciona ampliamente la industrialización completa del limón para poder ser aprovechado completamente el fruto,

TERCERA.- Se hizo una completa definición y nomenclatura de las substancias pécticas.

CUARTA.- Debido a que los alcalis propician la hidrólisis de la pectina, se usa como conservador el anhídrido sulfuroso que conserva las propiedades gelatilizantes de la pectina mejor que el benzoato de sodio que libera hidróxido de sodio que destruye a la pectina.

QUINTA.- La pectina de manzana consiste, aproximadamente, en una tercera parte de arabano, mientras que la pectina de los cítricos no contiene prácticamente ninguno. Por esta razón, la pectina cítrica tiene un mayor grado de gelificación. Por lo que la pectina de la corteza seca del limón es de una calidad superior y la materia prima, la cáscara del limón, es fácil de obtenerla además que barata, por lo que se cree que la pectina así obtenida daría buenos resultados en México,

SEXTA.- En el laboratorio se trabajó y se obtuvieron buenos rendimientos de la extracción de la pectina, pero sabiendo que industrialmente el rendimiento de esta pectina baja mucho,

SEPTIMA.- Se admite generalmente que la corteza seca destinada a la obtención de pectinas que muestra un grado de gelificación USA-SAG, obtenidos según la determinación del grado de gelificación superior a 60 puede considerarse de buena calidad cuanto mas elevado resulte este número, mejor será la calidad de la corteza seca.

El contenido en grupos metoxilos es crítico para la facilidad

de la formación del gel.

OCTAVA.- La adición de pectina en productos de frutos es completamente legítima, ya que la pectina se encuentra naturalmente en los frutos y ni ninguna objeción puede hacerse contra su empleo razonable, al igual que sucede con la adición de azúcar. Además el empleo de adición en los alimentos de pectina existen razones puramente técnicas para apoyar el uso de la pectina, y una de ellas es la reducción del tiempo de cocción, que, a su vez ayuda a conservar las sustancias volátiles e impide la excesiva inversión del azúcar,

NOVENA.- Se obtendrán proporciones distintas de pectina en 10, 20 ó más muestras que se preparen del limón aunque todas ellas procedan de lotes de frutos de la misma especie y variedad, del mismo huerto o incluso del mismo árbol. Influyen en estas diferencias, dentro de la misma materia original, numerosos factores entre los que cabe destacar el grado de madurez de la fruta, el tiempo transcurrido entre la recolección y el análisis, las manipulaciones que haya podido sufrir durante este intervalo, etc.

DECIMA.- Una tercera extracción del material, en un autoclave bajo presión produce todavía más pectina, pero no es económico cuando se trabaja.

DECIMA PRIMERA.- Para la obtención de la pectina, se propone la posibilidad de que esta pectina se extraiga a partir de la corteza del limón sin secar, previo un lavado ya que las operaciones de secado son de un costo muy elevado por lo que existe la posibilidad de que en un estudio posterior se trate de localizar una planta de este tipo cerca de una planta industrializadora de limón, y otra resultaría económico si se dispone de material de desperdicio en gran escala. Y/o de residuos prensados de manzana que serían los desperdicios de una planta procesadora de sidra que son muy apropiadas para la fabricación de pectina.

DECIMA SEGUNDA.- Y además se menciona una descripción general del posible proceso y del equipo utilizado a nivel industrial, para futuras modificaciones y optimización del proceso que se puedan realizar a nivel de planta piloto o industrialmente.

Se han descrito los métodos para la obtención de la pectina, se cree que el mejor método para la extracción de la pectina es por medio de la precipitación con solventes orgánicos, ya que el de las tierras diatomáceas es un proceso más complicado y difícil de llevar a cabo, es altamente costoso ya que se le debe de dar un tratamiento previo para eliminar estas sustancias y después tratarlos con solventes orgánicos.

DECIMA TERCERA.- Durante el proceso de maduración los fermentos y las enzimas cambian la pectosa en pectina y subsiguientemente en ácido pectínico y pectico. De todas estas sustancias solamente

la pectina tiene propiedades gelatilizantes de lo que se deducen -- que la fruta excesivamente madura o fermentada no es útil para la -- elaboración de la pectina. La viscosidad de una solución de pectina es un índice para apreciar su poder gelatinizante. La pectina de -- buena calidad debe producir una jalea firme al cabo de una hora la pectina inferior produce jalea semifluidas o de consistencia dé -- bil.

DECIMA CUARTA,= Este modesto trabajo ha llenado su propósito, muchos esfuerzos y no menos investigaciones, quedan plasmadas en -- él, para que sirva de base al estudioso que quiera profundizar so -- bre tan importante tema, en el que nunca dejará de servir de base y este modesto esfuerzo que se ha realizado para obtener la licenciatura de Químico Farmacobiólogo en Tecnología de Alimentos, donde es importantísimo pilar la pectina cuya función es la de aditivo y conservador de alimentos que son básicos para la supervivencia del hombre. Por ello la importancia de conocer e investigar las técnicas de producir este aditivo básico de la industria alimentaria, tratando de mejorar las existentes que hoy por hoy se emplean en la producción de alimentos en conserva, es por ello que creemos que este trabajo será una base que tomen los estudiosos que profundicen el tema ampliando las conocidas para obtenerlas cuyo propósito básico es obtener la pectina por las vías más rápidas de acuerdo a la tecnología, empleando el limón que es un fruto que se produce en el país, cuya industrialización beneficiaría ampliamente al productor y a la economía del país, que puede exportar la pectina en lugar de importarla con perjuicio de la pérdida de divisas.

## B I B L I O G R A F I A

### LIBROS

1.- Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. (A.O.A.C.); Ed. Board ed. A.O.A.C. Washington D.C., U.S.A. (1965).

2.- Allinger, N. ET. AL. Química, Orgánica. Ed. Reverte, S.A. España (1975).

3.- Foust, A.S. ET. AL. Principios de Operaciones Unitarias. - Ed. C.E.C.S.A. Ed. (1974).

4.- Frazier, W.C. Microbiología de los alimentos. Ed. Acribia. Zaragoza, España. (1977).

- 5.- Kent N.L. Tecnología de los cereales Ed. Acribia Zaragoza España, (1971).
- 6.- Kertesz, Z.I. The Pectic Substances Interscience, Publishing, N.Y. (1951).
- 7.- Meyer, H.L. Food Chemistry the AVI Publishing Co, Inc. (1978).
- 8.- Narren, L, McCabe. Operaciones básicas de Ingeniería Química Vol. 11 Ed. Reverte Barcelona (1973).
- 9.- Noller, Carl, R. Química Orgánica, Ed. Interamericana México (1966).
- 10.- Pearson David, The Chemical Analysis of Food Churchill J&B, London (1970).
- 11.- Perry, John G. Chemical Engineer Handbook, Ed. Mc, Graw-Hill. Tokio Japon (1963).
- 12 Potter, Norman, La ciencia de los alimentos. Ed. EDUTEX, S.A. México (1978).
- 13.- Rauch George H. Fabricación de mermeladas. Ed. Acribia, Zaragoza España.

14.- Rase, H.F. Barrow, M.H. Ingeniería de Proyectos para plantas de Procesos Ed. C.E.C.S.A, (1974).

15.- Reed, Gerald Enzymes in Food Processing. Ed. Academic Press, (1975).

16.- Sanchez Colín S. Cultivo del Limonero e Industrialización del Limón, S.A.F. México (1942).

17.- Schultz, N.W. Food Enzyme The AVI Publishing Co, Inc, (1960).

18.- Valiente A. Prácticas del Laboratorio de Momentum y calor U.N.A.M. Lab. de Ingeniería Química (1978).

#### ARTICULOS.

19.- Baker G.L. y Woodmansee, C.W., Fruit Products Journal of food Science 23, 164 (1944).

20.- Braddock y Crandall. Properties and Recovery of waste liquids from citrus pectin pomace manufacture & Effect of drying an pectin made from lime and lemon pomace Journal of Food Science, 43 No. 6 1678-1682. (1978).

21.- Charley V.L.S. Some advances in food processing using pec



tic an other enzymes, Chemistry and Industry, 635-641 (1969).

22.- Deudel H. and Stulze. Pectic Substances and pectic enzymes, 20 341-382 (1958).

23.- Final Report of the I.F.T. Committee. Pectin Standardization, Food Technology, XIII No, 9. 496-500 (1959).

24.- Instituto de Agroquímica y Tecnología de Alimentos Fundamentos Químicos y Bioquímicos de la Tecnología de Alimentos,

25.- Kiw, W.J. ET.AL. Demethylation of pectin using acid and ammonia. Journal of Food Science, 43 No. 1, 74 (1978).

26.- McCready and E.A. McComb, Extraction and Determination of total Pectic materials in fruits, Analytical Chemistry 24 No. 12, (1952),

27.- Rooker, W.A., Fruit Pectin Avi N.Y. (1968).

28.- A.H. Rouse and P.G. Grandall Pectin Content of lime and lemon as extracted by nitric acid, Journal of Food Science 43 No. 1 72 (1978).

29.- Royo Iranzo J, Las sustancias pécticas, 1. Revista de ---

Ciencia Aplicada, 40, 416-422 (1954).

30.- Royo Iranzo J. Las sustancias pécticas II, 41, 493-506 ... (1954).

31.- Royo Iranzo J. ET.AL, Preparación de corteza seca de naranja para la obtención de pectina a partir de variedades cultivadas en España. Rendimiento y calidad del producto, A.T.A. XV No. 4, 539-546 (1975).

32.- Sinclair W.B. e Joliffe V.A. Metodi di analisi dei carboidrati solubili e delle sostanze pectiche degli agrumi, Food Research 25. 148, 192-197 (1960),

33. Snyder P, Citrus Pectin and Dried Pectin Peel, Citrus Engineering Conference XVI, 79-89 (1970),

34.- A.H. Rouse & C.D. Atkins. Pectinesterase and Pectin in Commercial Citrus Juices as Determined by methods used at the citrus experiment station, University of Florida, Bulletin 570 (1955).